

UV-initierad fotopolymerisation vid tillverkning av slipmaterial



Diplomarbete

Åbo Akademi

Fakulteten för Naturvetenskaper och Teknik

Amanda Sund

2020

Abstrakt

Slipmaterial har använts ända sedan människan upptäckte att det är möjligt att forma ett material med hjälp av ett annat, till exempel att vassa pilspetsar på stenar. I sin moderna form har slipmaterial förekommit sedan tidigt 1900-tal och dessa utvecklats kontinuerligt än idag. Ett konventionellt, flexibelt slipmaterial består i sin enklaste form av ett bottenmaterial, till exempel papper, ett limlager som fäster slipkornen vid bottenmaterialet samt ytterligare ett limlager för att vidare förankra slipkornen. I detta arbete undersöks olika UV-initierade härdningsmetoder för att härda det första limlagret som appliceras i processen, det vill säga mellan bottenmaterialet och slipkornen. Tre olika limformuleringar härdades under UV-enheter med tre olika typer av emitterat ljusspektrum, två UV-LED enheter med snäva emitterade ljusspektrum kring 365 nanometer och 395 nanometer, och en traditionell UV-enhet med kvicksilverlampor som emitterar ett bredare ljusspektrum utan definierade toppar vid en specifik våglängd.

För att karakterisera hur limlagret härdades tillämpades i huvudsak ATR-FTIR analys på prover som beretts i laboratorium samt på produktionslinjen. Dessa analyser gav insikt i hur hög grad de akrylatbaserade limsystemen konverterats från en blandning mono- och oligomerer till ett härdat polymernätverk genom att mängden dubbelbindningar i systemet innan härdning jämfördes med mängden dubbelbindningar efter härdning. Vidare tillämpades även tester för att klargöra mekaniska egenskaper som är relevanta för ett slipmaterial såsom kornvidhäftning och flexibilitet. På de prover som tillverkats på produktionslinjen utfördes även en del praktiska sliptester för att jämföra den slutliga prestandan hos material som härdats med de olika metoderna.

Det visade sig att den kemiska sammansättningen hos limsystemet har en större inverkan på hur materialet härdas än vilken UV-enhet som används för att initiera reaktionen. Den kemiska sammansättningen kan till exempel vara känslig för syreinhibering, vilket visade sig vara fallet för ett av de tre undersökta limsystemen. ATR-FTIR analys för att undersöka hur limlager härdas kunde mycket väl användas vid vidare utvecklingsarbete av limsystem på Mirka.

Förord

Först och främst vill jag rikta ett stort tack till Mirka som lät mig utföra detta arbete, och till alla fina kolleger som gjort min tid där så onödigt mycket roligare än vad den behövt vara. Det har varit ett stort nöje att arbeta med er alla, och oavsett hur involverade ni varit i mitt projekt har ni alla bidragit med god stämning och många skratt. Speciellt vill jag förstås tacka Ann-Sofie Leppänen som handlett arbetet och varit mitt största stöd i processen.

Jag vill också tacka laboratoriet för teknisk polymerkemi på Åbo Akademi som varit med om att möjliggöra detta projekt. Utan tillgång till ert laboratorium, analysutrustning och handledning hade detta projekt varit omöjligt att utföra.

Till sist vill jag också rikta ett enormt tack till alla mina studiekamrater som gjort min tid på ÅA till något som jag inte i min vildaste fantasi kunde föreställt mig när jag flyttade till Åbo för sex år sedan. Utan er hade jag inte kommit så här långt, tack!

Innehåll

1	Teori och bakgrund.....	5
1.1	Slipmaterialets uppbyggnad	5
1.1.1	Allmänt.....	5
1.1.2	Substrat.....	6
1.1.3	Korn	6
1.1.4	Aktivt ytskikt och fästningsanordning	6
1.1.5	Lim.....	7
1.1.6	Traditionella lim.....	7
1.1.7	Monomerer och oligomerer.....	8
1.2	Härdning av flexibla slipmaterial.....	9
1.2.1	Konventionell härdning.....	9
1.2.2	Härdning med strålning.....	10
1.2.3	Electron Beam (EB)	10
1.2.4	UV	11
1.2.5	UV-LED.....	12
1.2.5.1	UV-LED- eller traditionell UV-härdning?	13
1.2.5.2	Våglängdens inverkan.....	14
1.2.5.3	Tidens, avståndets och intensitetens inverkan på härdningsprocessen	16
1.2.5.4	UV- eller EB-härdning?.....	16
1.3	Fotopolymerisation.....	17
1.3.1	Allmänt.....	17
1.3.2	Faktorer som påverkar polymerisationsgraden (degree of conversion).....	19
1.3.2.1	Steriska hinder	19
1.3.2.2	Syreinhibering.....	20
1.3.3	Polymerisationsgradens inverkan på mekaniska egenskaper.....	20
1.4	Fotoiniatorer.....	21
1.4.1	Allmänt.....	21
1.4.1.1	Typ I.....	22
1.4.1.2	Typ II	23
1.5	Analysmetoder.....	23
1.5.1	Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)	23
1.5.2	Differential Scanning Calorimetry – DSC	24

1.5.2.1	Glastransitionstemperatur (T_g).....	25
1.6	Arbetets syfte och målsättning	25
2	Material och metoder.....	27
2.1	Material	27
2.1.1	Lim.....	27
2.2	Preparation av prov	27
2.2.1	Prov bestrukna med lim i laboratoriet.....	27
2.2.2	Strödda prov i laboratoriet	29
2.2.3	Prover tillverkade på produktionslinjen.....	31
2.3	Analys av prov.....	33
2.3.1	FTIR-analys för att avgöra härdningsgrad	33
2.3.2	Prover för DSC.....	34
2.3.3	Erichsen Scratch Tester (Universal Scratch Tester 413).....	35
2.3.4	Kaliumpermanganat (KMnO_4)-test.....	35
2.3.5	Flexibilitet	35
2.3.6	Sliptest.....	36
3	Resultat och diskussion.....	37
3.1	Utvärdering av härdningsgrad	37
3.1.1	FTIR-analys	37
3.1.2	DSC-analys	46
3.1.3	KMnO_4 test och korrelation till härdningsgrad.....	48
3.2	Test för att utvärdera mekaniska egenskaper	50
3.2.1	Kornvidhäftning med Erichsen Scratch Tester	50
3.2.2	Flexibilitetstest	52
3.2.3	Sliptest.....	53
4	Slutsatser.....	58
4.1	Framtida möjligheter	60
5	Referenser	61
5.1	Figurförteckning	66
6	Appendix.....	67
6.1	Appendix A	67
6.2	Appendix B.....	67
6.3	Appendix C.....	68
6.4	Appendix D	69

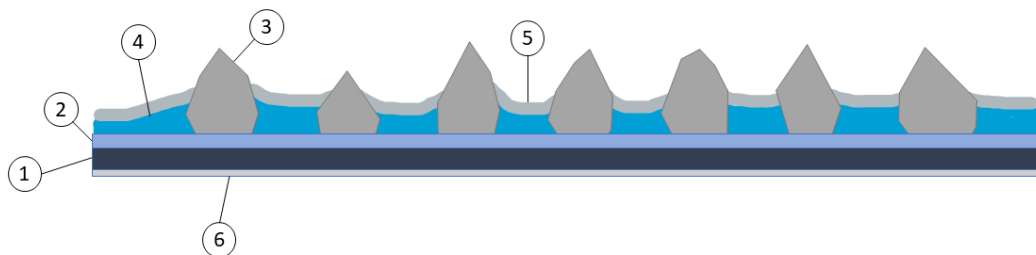
1 Teori och bakgrund

1.1 Slipmaterialets uppbyggnad

1.1.1 Allmänt

Ett konventionellt flexibelt slipmaterial består utav ett substrat, även kallat bottenmaterial, ett första limlager som fäster slipkornen vid substratet och ytterligare ett limlager för att förankra slipkornen. Utöver dessa kan även ett aktivt ytskikt appliceras vid behov, beroende på önskade egenskaper och produktens slutliga användningsområde. Det aktiva ytskiktet ämnar ofta minska tilltäppning av slipmaterialet under slipprocessen, då en betydande mängd slipdamm genereras vid slipning av så gott som alla ytor. På baksidan av slipmaterialet kan en fästningsanordning i form av lim eller tyg appliceras. Den slutliga prestandan hos ett slipmaterial påverkas av valet av dessa grundkomponenter.

Tredimensionella slipmaterial såsom sliphjul och textilbaserade slipmaterial förekommer även. Tillverkningsprocessen för dessa avviker i sin helhet från tillverkningsprocessen för flexibla slipmaterial och kommer inte behandlas vidare i detta arbete.



Figur 1. Uppbyggnaden av ett flexibelt slipmaterial; 1: substrat, 2: bottenlim, 3: slipkorn, 4: ytlim, 5: aktivt ytskikt, 6: fästningsanordning.

1.1.2 Substrat

Valet av substrat påverkar inte enbart styrkan hos produkten, utan även andra faktorer som flexibilitet och värmebeständighet. Typiska substrat inkluderar papper, duk och polyesterfilm. Utav dessa är papper den vanligast förekommande på grund av sin mångsidighet. För extra styrka, speciellt i slipmaterialets kantområden, kan duk användas som substrat. För applikationer där precision önskas kan polyesterfilm användas. Den mycket släta filmen ger en jämnare yta att fästa kornen på jämfört med papper och duk vilket möjliggör en jämnare kvalitet på slutprodukten (Mirka, 2015). Substratet kan även benämnas bottenmaterial.

För att förbättra adhesionen mellan limmet och substratet kan detta behandlas kemiskt, fysiskt eller genom att bestryka materialet med ett lager som förbättrar ytans egenskaper. Exempel på behandlingar som kan göras är syrabehandling, coronabehandling och bestrykning med latex på papper.

1.1.3 Korn

De slipkorn som används vid tillverkning av slipmaterial kan variera i både storlek och kemisk sammansättning beroende på applikation. Egenskaper hos de enskilda kornen såsom hårdhet, form och likformighet påverkar det slutliga slipresultatet (Linke, 2015). Vanliga material som används vid tillverkning av korn för slipmaterial är bland annat aluminiumoxid och kiselkarbid (Imerys, 2019). Standarder för kornstorleksfördelning definieras av utomstående organisationer såsom FEPA (Federation of European Producers of Abrasives). Inom slipmaterial används generellt FEPA-Standarder 43-1:2006, 43-2:2006 och ISO 6344 i Europa. Dessa standarder definierar de så kallade P-grovlekarna. En högre P-siffra innebär finare korn, det vill säga korn som klassas som P800 är finare än P80 (FEPA, 2019).

1.1.4 Aktivt ytskikt och fästningsanordning

Vid slipprocessen bildas slipdamm som kan täppa till dalarna mellan slipkornen på slipmaterialet, och således försämrans prestandan hos materialet. För att motverka detta

kan ett aktivt ytskikt appliceras efter ytlimmet så att dammet inte fäster lika snabbt. Även andra problem som uppstår på grund av friktionen i slipprocessen kan påverkas av det aktiva ytskiktet, beroende på hur formuleringen för detta ser ut.

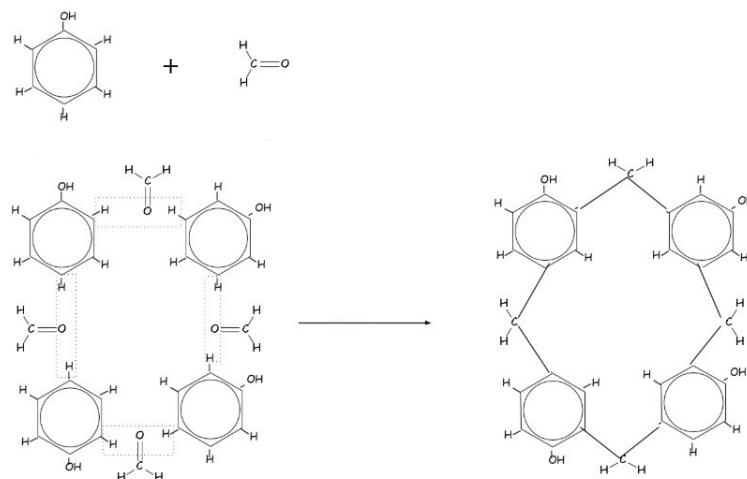
Ofta behövs en fästningsanordning på baksidan av slipmaterialet för att det ska gå att fästa på till exempel en slipmaskin. De vanligaste formerna av fästningssystem är lim och tyg med öglor som kan fästas på en slipplatta med krokar som tar fast i öglorna. Om slipmaterialet är ämnat att användas för hand behövs ingen fästningsanordning.

1.1.5 Lim

Begreppet lim används i detta arbete för att beskriva de hartssystem som vid tillverkning av slipmaterial används för att binda slipkornen vid bottenmaterialet. Limsystemet är en av de mest centrala komponenterna vid slipmaterialstillverkning, det går inte att tillverka ett slipmaterial av god kvalitet med ett undermåligt lim eftersom kornen inte kommer fästa vid bottenmaterialet tillräckligt väl för att klara av den påfrestning slipprocessen innebär. På ett flexibelt slipmaterial finns vanligen två limlager, ett bottenlim som fäster kornen vid substratet och ett ytlim som appliceras efter kornen för att ytterligare förankra dessa. Botten- och ytlimmen kan ha olika formuleringar.

1.1.6 Traditionella lim

Ett av de vanligaste limmen vid tillverkning av flexibla slipmaterial är fenolharts (Ganeshram & Achudhan, 2013). Detta limsystem används på grund av dess höga styrka samt motstånd mot repor och andra yttre faktorer som kan försvaga ett material såsom höga temperaturer, vatten och organiska lösningsmedel. Fenolen är löst i vatten och reagerar med formaldehyd för att bygga upp ett limnätverk (figur 2) samtidigt som vatten avgår ur systemet. En utmaning med fenolharts är den mörka färgen som begränsar det slutliga utseendet på produkten.



Figur 2. Enskilda fenol- och formaldehydmolekyler reagerar och bildar ett nätverk (Prefere Resins, 2017).

Ureahartsbaserade limsystem kan också användas vid tillverkning av flexibla slipmaterial. Resultatet är inte lika starkt som med ett fenolbaserat system, men tillräckligt starkt för att använda på produkter som inte är ämnade för de mest krävande processerna. En fördel med ureaharts är den vita färgen, eftersom limmet då kan färgas i vilken önskad nyans som helst (Prefere Resins, 2017). Både ureaharts och fenolharts härdas på det traditionella sättet, det vill säga i utrymmes- och energikrävande ugnar.

1.1.7 Monomerer och oligomerer

Ett annat alternativ för lim är monomer- och oligomerbaserade system, vanliga exempel är akrylater och epoxider. Dessa system härdas genom att strålning initierar en kemisk härdningsreaktion. En monomer är en liten molekyl som via polymerisering kan kopplas ihop till en kedja och bygga upp en större makromolekyl. Dessa har oftast en låg viskositet i och med att de är så små, och kan därför användas för att uppnå en bearbetbar viskositet hos det slutliga limmet. En oligomer är en molekyl med något större molekylmassa och som är uppbyggd av ett antal mindre molekyler. Om en av dessa mindre enheter som utgör oligomeren tas bort ändras dess egenskaper (Book, 2014). Oligomerer har generellt en högre viskositet än monomerer. Lim som ska härdas med strålning innehåller generellt monomerer, oligomerer och, beroende på

systemet som används för att härda limmet, en initiator för att sätta igång polymerisationen.

Vilka monomerer och oligomerer som används, och i vilka förhållanden, beror på vilka egenskaper som önskas hos den slutliga produkten. Viktiga egenskaper som påverkas av valet av komponenter är bland annat hårdhet, sprödhet och krympning vid härdning. Egenskaperna för de enskilda monomererna och oligomererna finns ofta att tillgå från leverantörens tekniska specifikationer, men dessa egenskaper kan märkbart ändra när flera olika komponenter blandas till en ny formulering.

1.2 Härdning av flexibla slipmaterial

1.2.1 Konventionell härdning

Härdning inom slipmaterialsproduktion innebär att komponenterna i ett lim ska bindas ihop för att skapa hållbara nätverk som kan binda bland annat slipkorn till ett bottenmaterial. Konventionellt härdas limlagren i ett slipmaterial med så kallad termisk härdning i en ugn. Där påverkar temperaturen och tiden hur stor andel av limmet som reagerar, och således härdningsgraden. Fenolhartslim är ett exempel på vanligt förekommande lim inom slipmaterialstillverkning (Ganeshram & Achudhan, 2013). Dessa traditionella lim innehåller ofta utöver den huvudsakliga komponenten för limnätverket någon form av lösningsmedel, och detta kommer under härdningsprocessen att avdunsta. I och med att slipmaterial produceras på en bana som hela tiden rör sig framåt krävs mycket långa torktunnlar vid härdning, då materialet inte konverteras från ohärdat till härdat på en gång. Detta medför att den totala volymen luft som ska värmas upp är mycket stor. I kombination med de höga temperaturer på 100 – 200 °C som krävs för att uppnå en tillräcklig härdningsgrad (Carotenuto & Nicolais, 1999) blir den termiska härdningen en mycket energikrävande process som även kräver en stor yta för att fungera optimalt. Termisk härdning är inte heller en särskilt snabb process, då det tar en tid för lösningsmedlet att avdunsta samt för limnätverket att bildas.

1.2.2 Härdning med strålning

Ett modernare alternativ till den traditionella termiska härdningen är härdning initierad av strålning. Vilken strålningskälla som används beror på processen, men vanliga alternativ är UV-strålning och elektronstråle (electron beam). Den kemiska sammansättningen hos ett limsystem som ska härdas med strålning skiljer sig från de traditionella limmen, då det inte alltid finns behov av ett lösningsmedel. Om ett lösningsmedel används är det ofta vatten, vilket är att föredra över organiska lösningsmedel ur arbetssäkerhetssynpunkt. En limformulering för härdning med strålning behöver enbart innehålla monomerer och/eller oligomerer, men kan i vissa fall även innehålla något lösningsmedel. Vid härdning med UV-strålning tillsätts även en fotoinitiator som sätter igång polymerisationsreaktionen. Med dessa få baskomponenter kan ett limnätverk bildas, och om limformuleringen inte innehåller lösningsmedel går ingen tid åt till avdunstning av detta. Detta innebär att härdning med strålning är en mycket snabbare process än termisk härdning, ett härdat limnätverk uppstår direkt materialet bestrålas (Glöckner, 2009).

1.2.3 Electron Beam (EB)

Inom strålningshärdning talar man främst om två olika typer av strålning, Electron Beam (EB) och UV-strålning. Vid härdning med EB bombarderas materialet med elektroner som överför sin höga energi till dubbelbindningar i de mono- och oligomerer som ingår i limsystemet. Dubbelbindningarnas elektroner exciteras och initierar en radikalpolymerisation och tvärbindning. Härdningen utförs vid rumstemperatur, då det är strålningen som sätter igång härdningsprocessen. När material härdas med EB-strålning krävs ingen fotoinitiator i limmet eftersom strålningen från en EB-enhet innehåller tillräckligt med energi för att bryta dubbelbindningar och skapa radikaler i limlagret. EB-strålning har fördelen att nå djupare ner i materialet än UV-strålning, vilket främjar härdning genom hela materialet (Epstein, 2008). Den höga energin i EB-strålningen kan konvertera syre till ozon, vilket skapar en säkerhetsrisk för arbetare (RadTech, 2010). Närvaron av syre vid härdning med EB-strålning skapar också problem med syreinhibering, där syret i

omgivningen reagerar med de fria radikalerna i limytan och avbryter reaktionen. Därför måste all härdning med EB ske i inert miljö, till exempel i kvävgas.

1.2.4 UV

Den andra typen av strålning som används vid härdning av olika typer av beläggningar är ultraviolett (UV) strålning. Denna strålning har kortare våglängder än synligt ljus, och kan delas upp i UVA, UVB och UVC (figur 3). För att härdas ett material med UV-strålning krävs en fotoinitiator som initierar polymerisationen utav komponenterna i limmet. De flesta fotoinitiatorer fungerar bäst vid våglängder på 250 till 400 nm (Pappas, 2013).

UV-strålningen emitteras från en lampa som avger ljusvågor inom UV-området. Traditionellt används kvicksilverlampor som strålningskälla, dessa kan avge strålning i ett mycket brett spektrum av våglängder (Tiwari & Polykarpov, 2014). Detta möjliggör användning av en hel del olika fotoinitiatorer, vilket medför möjligheten att välja fotoinitiator för att påverka egenskaperna hos det härdade materialet. Egenskaperna hos det härdade limmet påverkas även av de oligomerer och monomerer som använts i formuleringen, genom att noggrant välja dessa kan man skapa ett lim som helt uppfyller ens egna önskemål.

Traditionella lampor som används vid UV-härdning innehåller kvicksilver och detta exciteras när elektricitet introduceras och beroende på trycket i lampan emitteras olika våglängder. En traditionell kvicksilver UV-lampa emitterar UV-ljus i ett brett våglängdsområde, med piken av högre intensitet vid vissa våglängder (Jančovičová, Mikula, Havlínová & Jakubíková, 2013).



Figur 3. Våglängdsområden för UV-strålning samt våglängder för synligt ljus.

1.2.5 UV-LED

En annan UV-strålningskälla som fått större betydelse under senare tid är UV-LED lampan. Dessa har utvecklats först på 2000-talet, delvis på grund av ett ökat miljötänk och en önskan att minska på användningen av kvicksilver. UV-LED lampor har en del fördelar över konventionella UV-lampor utöver avsaknaden av kvicksilver. Bland annat är de upp till 50 procent mer energieffektiva, har längre livstid, en jämnare ljusintensitet, och utöver detta är temperaturen på UV-LED lampor enklare att kontrollera än på konventionella UV-lampor (Muramoto, Kimura & Nouda, 2014). En LED lampa är uppbyggd av kristallina halvledare där den emitterade våglängden beror på vilken metall som använts i konstruktionen. Vid tillverkning och utveckling av UV-LED lampor används legeringar av aluminiumnitrid (AlN), galliumnitrid (GaN) och indiumnitrid (InN) (Karlicek, 2009). En UV-LED enhet avger ett mycket smalt strålningsområde, vilket skiljer sig markant från det breda strålningsområdet från konventionella UV-lampor. Det här kan vara en utmaning, eftersom många fotoinitiatorer på marknaden har utvecklats med Hg-lampor i åtanke (Dietlin m.fl., 2015).

En fördel med det smalare strålningsområdet är att effektiviteten vid en specifik våglängd (till exempel 395 nm) är 60 – 80 % större på grund av att all energi används för att producera ljus på färre våglängder. En annan enorm fördel med UV-LED lampor är möjligheten att omedelbart slå på eller av lamporna. Ytterligare har UV-LED lampor en längre livslängd än Hg-lampor (Landry, Blanchet, Boivin, Bouffard, & Vlad, 2015). Traditionella Hg-lampor tar en tid att starta upp och att stänga av, och på denna tid kan mycket material gå förlorat om lamporna används i ett system där materialet som ska härdas rör sig förbi lampan med hög hastighet. Således kan ett omedelbart byte mellan avstängda och påslagna lampor spara både tid och pengar.

Framtiden för UV-LED ser ljus ut då tillverkningskostnaderna sjunker, och samtidigt lockar de lägre driftskostnaderna fler användare. Den långa livslängden och energieffektiviteten kan göra ett byte till LED lönsamt i det långa loppet (Pimputkar, Speck, DenBaars, & Nakamura, 2009).

1.2.5.1 UV-LED- eller traditionell UV-härdning?

I och med att UV-LED system är en nyare teknik än traditionella UV system med Hg-lampor används det sistnämnda fortfarande i större utsträckning idag. Eftersom dessa system funnits på marknaden en längre tid har processen med härdning initierad av Hg-lampor finlipats och tagits i bruk i diverse industrier, inklusive slipmaterialstillverkning. Även många av de fotoinitatorer som finns på marknaden har utvecklats med det våglängdsspektrum som Hg-lamporna emitterar i åtanke, och fotoinitiatoren avgör i hög grad hur ett material härddas (Taki, Taguchi, Hayashi & Ito, 2017). Trots detta ökar marknadsandelen för UV-LED system konstant, och den har tredubblats mellan 2008 och 2018 (Mukish & Boulay, 2018).

Tidigare har det varit enklare att använda Hg-lampor i applikationer där det funnits ett behov av hög intensitet och komplexa geometrier, eftersom dessa lampor producerar mycket intensivt ljus trots en liten volym. Utvecklingen går dock mot ökad användning av UV-LED system, och nuförtiden kan UV-LED lampor leverera koncentrerat ljus i våglängdsområdet 365 – 400 nm effektivare än Hg-lampor (Hölz, Lietard, & Somoza, 2016). Fördelarna med lägre energikonsumtion, driftskostnad och avsaknad av kvicksilver i LED-lamporna väger mycket tungt i ett samhälle där miljömedvetenheten blir allt mer påtaglig.

När UV-ljus används vid härdning av ett limsystem önskas en snabb konvertering från mono- och oligomerer till polymernätverk. Sällan uppnås en konverteringsgrad på 100 %, men generellt eftersträvas en hög konverteringsgrad. Speciellt monomerer som inte reagerat kan skapa problem i den slutliga produkten på grund av sin storlek, då små molekyler tenderar migrera genom material. Problem som kan uppstå om mycket monomerer förekommer i ett härdat limsystem innefattar bland annat försämrade egenskaper hos den slutliga produkten, men även fara för människan i och med att monomerer ofta ger negativa hälsoeffekter (Gosavi, Gosavi, & Alla, 2010). Vid försök där traditionella Hg-lampor jämförts mot UV-LED lampor som emitterar våglängden 365 nm har UV-LED lamporna gett en högre konverteringsgrad, 99 % jämfört med 96 % (Ghazali, Azim, Adrus, & Jamaluddin, 2019). Konverteringsgraden har studerats genom att undersöka andelen dubbelbindningar i materialen med FTIR-analys.

1.2.5.2 Våglängdens inverkan

UV-LED lampor emitterar ljus i ett snävt våglängdsområde, varav vanliga våglängder för kommersiella lampor är till exempel 365 nm eller 395 nm. En kortare våglängd innebär en högre fotonenergi hos ljuset som emitterats enligt ekvation (1). Detta kunde tänkas innebära en effektivare fotoinitieringsprocess på grund av den högre energin som når materialet. I försök där man blekt papper med en kombination av väteperoxid och UV-strålning har lägre våglängder gett ett märkbart bättre slutresultat (Luong m.fl., 2019). I ett system som ska hårdas med UV-ljus beror dock effektiviteten hos fotoinitiatorn på det system man använder, eftersom olika fotoinitiatorer fungerar bäst i olika våglängdsområden. En fotoinitiator som aktiveras vid 395 nm kommer inte fungera i ett system där en UV-LED som emitterar ljus på 365 nm används, åtminstone inte optimalt. I takt med att UV-LED system blir allt vanligare bör alltså utvecklingen av fotoinitiatorer hänga med för optimal samverkan (Li m.fl., 2016). Det är även möjligt att använda en kombination av UV-LED lampor om ett bredare strålningsspektrum mer likt det från en konventionell Hg-lampa önskas (Taki & Sawa, 2018).

$$E = hc/\lambda \quad (1)$$

E = ljusenergi

h = Plancks konstant

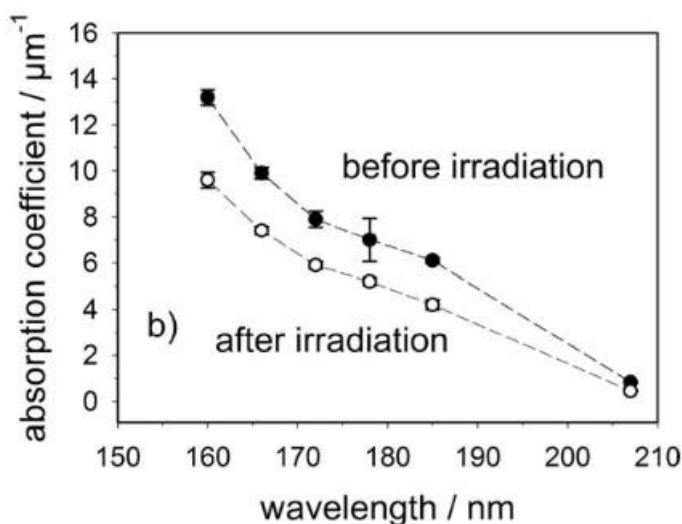
c = ljusets hastighet

λ = våglängd

Våglängden inverkar också på hur djupt in i limskiktet strålningen når, i allmänhet når UV-strålning maximalt 1 - 2 mm in i materialet som bestrålas (St-Georges, Swift Jr, Thompson, & Heymann, 2003). I de hårdningsprocesser där UV-strålning vanligen används är skiktet som ska hårdas ofta betydligt tunnare, från några μm till cirka 50 μm (Fu m.fl., 2019). När djupet på vilket hårdningen sker studeras diskuteras ofta ythärdning (surface cure) och djuphärdning (depth cure). Ythärdning avser således hårdningen på ytan av till exempel ett hartsskikt, medan djuphärdning avser hårdningen längre ner i materialet. Generellt så tränger längre våglängder djupare in i

materialet (Francesco, 2018), hur mycket beror på materialets absorptionskoefficient som anger hur djupt strålning av en specifik våglängd penetrerar ett material. Absorptionskoefficienten för akrylater, vilka ofta används inom slipmaterialsproduktion, i UVC-området framgår ur figur 4 (Prager, Wennrich, Knolle, Naumov, & Prager, 2012). Absorptionskoefficienten är inversen på djupet till vilket strålningen penetrerar, en lägre absorptionskoefficient innebär således djupare penetration i materialet.

Om djuphärdning är centralt för slutprodukten bör en lampa som emitterar längre våglängder användas i processen. En lampa som har sin intensitetspik på 365 nm eller lägre är mer lämpad för applikationer där snabb ythärdning krävs, till exempel om enbart ett tunt skikt ska härdas och behovet av djuphärdning inte är stort. Detta är fallet för bland annat UV-bläck vid tryck. När ytan härdats blir det svårare för UV-strålningen att penetrera materialet, vilket leder till att snabb ythärdning motverkar djuphärdning i tjockare skikt (Permabond, 2014). Vilken våglängd som bör användas i produktionssammanhang beror på applikationen och vilka egenskaper som önskas hos slutprodukten.



Figur 4. Absorptionskoefficienten för akrylat i UVC-området (Prager, Wennrich, Knolle, Naumov, & Prager, 2012).

1.2.5.3 Tidens, avståndets och intensitetens inverkan på härdningsprocessen

Några av de parametrar som enkelt kan påverkas i de flesta härdningsprocesser är tiden som materialet utsätts för UV-strålningen, avståndet till strålningskällan och strålningskällans emitterade intensitet. När avståndet mellan strålningskällan och det material som ska härdas ökas minskar intensiteten för det ljus som når ytan som härdas. Korrelationen mellan hur mycket intensiteten vid ytan minskar och avståndet kan inte beskrivas på ett enda sätt för samtliga UV-LED strålningskällor, beroende på vilken tillverkare och modell kan intensiteten minska både logaritmiskt och linjärt. Sambandet mellan härdningsgrad och avstånd är dock i allmänhet linjärt (Aravamudhan, Rakowski & Fan, 2006).

Tiden som materialet utsätts för strålning påverkar den slutliga härdningsgraden eftersom ett material som under en längre tid utsätts för strålning hinner absorbera mer energi. Den totala energin som når ytan (J/cm^2) kan beräknas genom att multiplicera intensiteten på strålningen (mW/cm^2) med härdningstiden (s) (Ariani, Herda, & Eriwati, 2017). Här har även valet av fotoinitiator och det system som ska härdas en signifikant inverkan, eftersom en del system kräver en högre energi för att nå den eftersökta härdningsgraden.

Intensiteten hos moderna UV-LED enheter går att ställa nästan steglöst. Enligt samma ekvation som presenterades för hur tiden inverkar på energin som når ytan som ska härdas så innebär en lägre intensitet på strålningskällan att en mindre mängd energi finns att tillgå för att initiera härdningsprocessen. Intensiteten och totala energin på det emitterade UV-ljuset har konstaterats ha en stor inverkan på den slutliga härdningsgraden, större än till exempel våglängdens inverkan (Karsten, Larson & Miller, 2009).

1.2.5.4 UV- eller EB-härdning?

Trots att UV- och EB-härdningens mekanismer påminner om varandra finns en del skillnader i både den kemiska strukturen hos de härdade polymernätverken och i de mekaniska egenskaperna hos härdat material. Tvärbindingarna i polymernätverket skiljer sig mellan UV- och EB-härdat material, vilket kan bidra till skillnaderna i

egenskaper (Miyazawa, Iiguni & Ohtani, 2017). Vid försök där de mekaniska egenskaperna jämförts mellan EB- och UV-härdat material har UV-härdat material konstaterats vara flexiblare och mer motståndskraftigt mot nötning medan EB-härdat material har varit hårdare och mer resistent mot repor. Detta kan bero på att UV-härdat material härdas från ytan och neråt medan EB-härdat material härdas genom hela materialet på en gång (Salleh, Yhaya, Hassan, Bakar & Mokhtar, 2011).

För att köra en EB-process krävs mycket mer energi än i en UV-process. Speciellt jämfört med för UV-LED system är EB system väldigt energikrävande. Införskaffnings- och underhållskostnaderna är generellt lägre för UV-system (Glöckner, 2009).

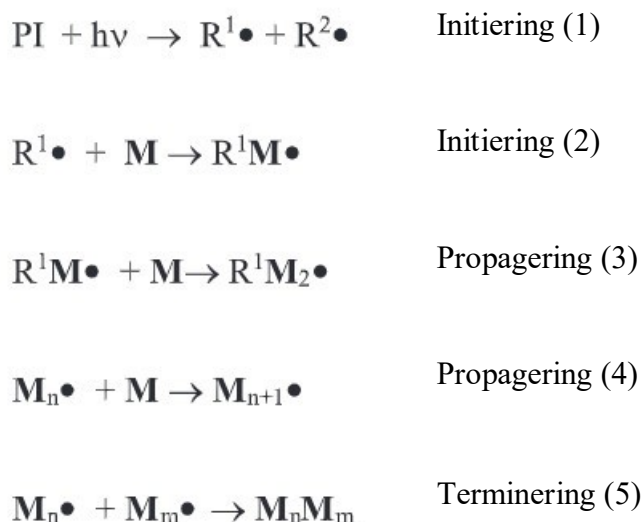
1.3 Fotopolymerisation

1.3.1 Allmänt

Begreppet fotopolymer innefattar monomerer, oligomerer och polymerer som genomgår en kemisk eller fysikalisk förändring vid exponering till någon form av ljus, vanligen ljus i det synliga våglängdsområdet eller UV-ljus. Fem olika huvudtyper av fotopolymerer identifieras, typ 1 består av små, multifunktionella monomerer eller oligomerer som med hjälp av en fotoinitiator reagerar till ett tvärbundet polymernätverk då systemet utsätts för ljus. Denna typ av fotopolymerer används ofta i limsystem och UV-härdande bläck. Hos fotopolymerer av typ 2 är de funktionella grupperna fotoaktiva och således behövs ingen tillsats av fotoinitiator, vid bestrålning med ljus reagerar dessa grupper med sin omgivning och bildar polymernätverk. Typ 3-fotopolymerer innefattar ett system av två komponenter med funktionella grupper som vid bestrålning reagerar med varandra. Ibland är dessa grupper fotoaktiva och ibland krävs tillsats av en fotoinitiator för att reaktionen ska ske. Fotopolymerisation behöver inte alltid betyda att ett nätverk av polymerer bildas, hos typ 4-fotopolymerer modifieras de funktionella grupperna vid bestrålning, så att de övergår från ett stadium till ett annat vilket ändrar polymerens egenskaper. Till sist förekommer även typ 5, som vid bestrålning klyvs i mindre beståndsdelar (Crivello & Reichmanis, 2013).

För själva fotopolymerisationsmekanismen finns två huvudtyper, fri radikalpolymerisation och katjonisk polymerisation. Vid fri radikalpolymerisation innehåller monomer- och oligomersystemet som ska polymeriseras en fotoinitiator som vid bestrålning med ljus sönderfaller till radikaler som sätter igång polymerisationsreaktionen. De mono- och oligomerer som reagerat med radikalerna från fotoinitiatorn reagerar vidare med dubbelbindningar i andra mono- och oligomerer i blandningen och ett polymernätverk bildas (figur 5). När detta sker övergår systemet från vätskeformigt till ett hårt, fast material. De förändringar som sker på en kemisk nivå ger stora förändringar i mekaniska egenskaper såsom Youngs modul, glastransitionstemperatur och krympning (Wu m.fl., 2018).

Katjonisk polymerisation används främst för epoxider, och dessas egenskaper skiljer sig från de material som erhållits genom fri radikalpolymerisation. Några utmärkande egenskaper hos material som härdats genom katjonisk polymerisation är utmärkt adhesion, kemikalieresistens och hög mekanisk styrka (Klikovits, Knaack, Bomze, Krossing, & Liska, 2017). Den katjoniska polymerisationsreaktionen initieras av en fotoinitiator som vid bestrålning sönderfaller till en mycket stark Brønstedsyra, som i sin tur sätter igång polymerisationsreaktionen genom att öppna upp epoxidens ringstruktur. Material som polymeriserats genom katjonisk polymerisation har generellt en mindre krympning än material som polymeriserats genom fri radikalpolymerisation (Sangermano, Roppolo & Chiappone, 2018).



Figur 5. Mekanismen för fri radikalpolymerisation, reaktionen initieras av fotoinitiatorn som bryts ner genom strålning, och denna reagerar vidare med de komponenter som finns i blandningen (i detta fall representerar M en monomer).

1.3.2 Faktorer som påverkar polymerisationsgraden (degree of conversion)

1.3.2.1 Steriska hinder

Vanligen utgörs en formulering som ska härdas genom fotopolymerisation initierad av UV-ljus av ungefär 70 vikt-% oligomerer, 25 vikt-% monomerer och 5 vikt-% fotoinitiator (Khudyakov, 2018). Varje mono- och oligomer har ett antal reaktiva områden där denna kan reagera vidare till en polymer. Detta möjliggör formationen av ett polymernätverk. Om alla mono- och oligomerer endast hade ett reaktivt område skulle bara långa kedjor bildas. När polymernätverk bildas blir det snabbt svårare för reaktanterna att röra sig genom lösningen, detta sker direkt reaktionen startar. Som en följd av detta kan det förekomma radikaler som fångas i nätverket och aldrig initierar någon reaktion. Nätverket som bildas kan även blockera annars reaktiva områden med dubbelbindningar, vilket innebär att det kommer finnas kvar dubbelbindningar i slutprodukten.

Karakteristiskt för system som härdas med UV-ljus är att den krympning som uppstår vid reaktionen är långsammare än de kemiska reaktionerna. På grund av detta sker en

omordning av nätverket ännu efter att de kemiska reaktionerna avstannat, och en del av de reaktanter som tidigare varit fångade i systemet kan frigöras och höja den slutliga polymerisationsgraden genom att reagera vidare (Andrzejewska, 2020).

1.3.2.2 Syreinhibering

Vid syreinhibering reagerar de radikaler som är tänkta att främja polymerisationsreaktionen istället med syret i omgivningen. För att motverka detta kan polymerisationen göras i en inert miljö, koncentrationen fotoinitiator, ljusdosen eller intensiteten ökas. På kemisk väg kan syreinhibering motverkas genom tillsats av additiver (så kallade oxygen scavengers, eller syreupptagare) som minskar benägenheten för detta. Några exempel på syreupptagande additiv är trifenyfosfin och tris(tridecyl) fosfit som bevisats ha god syreupptagningsförmåga i UV-härdande limformuleringar (Husár, Ligon, Wutzel, Hoffmann & Liska, 2014). Det är även möjligt att använda utgångsmaterial som i sig själv inte är särskilt benägna att reagera med syre. Att simultant bestråla ett material med UV-ljus och rött ljus har teoretiskt föreslagits för att minska syreinhibering (Lin, Cheng, Chen, Chiu & Liu, 2020).

1.3.3 Polymerisationsgradens inverkan på mekaniska egenskaper

Vilka egenskaper som önskas hos ett material som härdats genom fotopolymerisation beror helt och hållet på slutanvändningsområdet. En mycket hög polymerisationsgrad är eftersträvarsvärt till exempel i förpackningsmaterial där förpackningen är i direkt kontakt med något som ska förtäras, eftersom oreagerade mono- och oligomerer riskerar migrera från förpackningsmaterialet till innehållet och dessa kan vara skadliga för människokroppen (Bhunja, Sablani, Tang, & Rasco, 2013). I de flesta tillämpningar är dock en mycket hög polymerisationsgrad inte nödvändig och inte heller önskad eftersom processen då blir mer energikrävande och därefter dyrare. Ett material som polymeriserats till 100 % och har en stor mängd tvärbindingar kan vara mycket hårt och motståndskraftigt mot repor, men ett material som har en lägre polymerisationsgrad kan ha en mer fördelaktig fördelning mellan hårda och mjuka segment i polymeren. Detta kan leda till att ett material som har en lägre polymerisationsgrad är mer beständigt mot plastisk deformation utan att spricka

(Dong, Maganty, Meschter & Cho, 2018). Hur ett material polymeriseras och till vilken grad beror bland annat på vilka komponenter som ingår i systemet och även de mekaniska egenskaperna påverkas i allra högsta grad av de grundkomponenter som ingår i polymernätverket. Ett exempel är användning av hyperförgrenade polymerer (HBP) i mono- och oligomersystem, dessa kan öka polymerisationsgraden och samtidigt öka bland annat glastransitionstemperatur och elasticitetsmodulen hos det härdade materialet (Mirshahi, Bastani & Sari, 2016).

Vid fotopolymerisation för härdning av ett limlager, vilket är fallet vid slipmaterialstillverkning, påverkar förhållandet mellan yt- och djuphärdning de mekaniska egenskaperna. Som tidigare diskuterat främjar fotopolymerisation initierad av UV-ljus ythärdning, vilket innebär att ett limlager kan ha en mycket hög polymerisationsgrad vid ytan, medan polymerisationsgraden inne i materialet är lägre. På så sätt kan flexibiliteten och motståndet mot plastisk deformation bevaras trots en hög konverteringsgrad vid ytan.

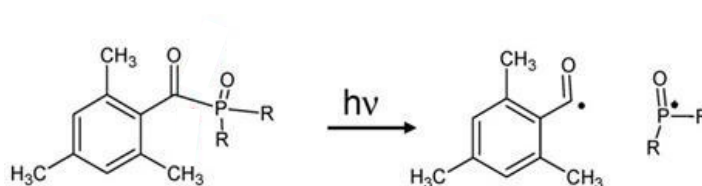
1.4 Fotoinitiatorer

1.4.1 Allmänt

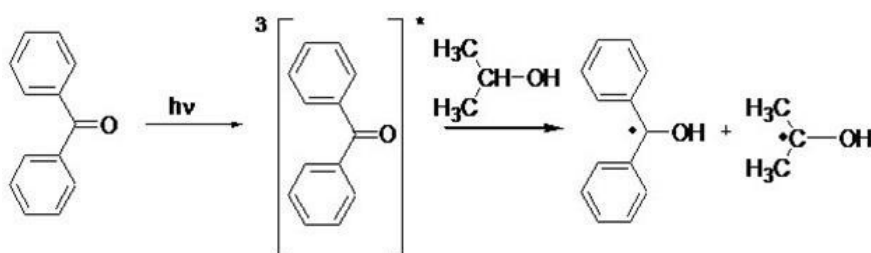
En fotoinitiator har en mycket central roll i ett limsystem som ska hårdas med UV-ljus. Fotoinitiatorn konverteras med hjälp av energi från strålningen till reaktiva komponenter såsom radikaler, katjoner, syror och baser. Reaktiviteten hos fotoinitiatorn avgör hur effektiv polymerisationen är (Fouassier & Lalevée, 2012). Generellt absorberar UV-fotoinitiatorer ljus mellan 200 och 400 nm, men oftast finns en optimal våglängd vid vilken en specifik fotoinitiator absorberar ljus bäst (Schwalm, 2001). För kommersiella fotoinitiatorer anges detta av producenten. Nya fotoinitiatorer utvecklas hela tiden för att förbättra bland annat oönskad migration av partiklar i det härdade materialet (Zhou, Allonas, Ibrahim & Liu, 2019). I detta arbete behandlas fotoinitiatorer som bildar radikaler för att initiera en reaktion.

Det finns två huvudtyper av fotoinitiatorer för radikalpolymerisation, Norrish typ I och typ II. Dessa skiljer sig åt i hur radikalerna bildas, med en typ I fotoinitiator behövs enbart UV-ljus för att dela upp molekylerna så att reaktiva produkter bildas (figur 6). En

typ II fotoinitiator behöver en till molekyl, en så kallad coinitiator, utöver fotoinitiatorn för att delas i radikaler. När fotoinitiatorn utsätts för UV-ljus övergår molekylens till ett exciterat tillstånd där karbonylgruppens energi har ökat. Från detta kan molekylens antingen återgå till sitt grundstadium och emittera den absorberade energin som fluorescens eller reagera vidare med en coinitiator för att bilda två radikaler (figur 7). För en typ II fotoinitiator önskas det senare händelseförloppet, eftersom radikalerna initierar polymerisationen och således härdningen (Green, 2010).



Figur 6. En fosfinoxidmolekyl (kommersiellt känd som TPO) utsätts för UV-strålning och delas i två radikaler, denna verkar som en typ I fotoinitiator.



Figur 7. Bensofenon som exciteras av UV-ljus och sedan via en vätedonatormolekyl delas i två radikaler, denna verkar som en typ II fotoinitiator.

1.4.1.1 Typ I

Fotoinitiatorer av typ I kan bilda radikaler via olika mekanismer vid bestrålning med UV-ljus, vanligast genom α -klyvning och mer sällan genom β -klyvning. Med α -klyvning avses att molekylens delas vid den kolatom i kedjan som ligger närmast en funktionell grupp och β -klyvning avser således att molekylens delas vid den kolatom som ligger näst närmast den funktionella gruppen i kedjan. Eftersom molekyler som delas genom α -klyvning har hög reaktivitet och är termiskt stabila används dessa i stor

utsträckning i industrin. Vanliga typ I fotoinitatorer med α -klyvning är bensilketaler, α,α -dialkoxyacetofenoner och α -Hydroxy-alkylfenoner. Vilken som används beror på vilka egenskaper som önskas hos den polymeriserade produkten. Bensilketaler producerar en gul slutprodukt, vilket inte är önskvärt om man till exempel önskar en transparent finish (Segurola, Allen, Edge, & Roberts, 1999).

1.4.1.2 Typ II

Bensofenoner och thioxanthoner är de två mest frekvent förekommande typ II fotoinitatorerna inom industrin. Thioxanthoner används främst för pigmenterade produkter eftersom de inte är transparenta. Pigmentet kan också reflektera en del av UV-strålningen vilket kan försämma härdningsresultatet. Bensofenoner reagerar med en vätedonator för att bilda de reaktiva radikaler som krävs för att initiera polymerisationen (Shukla, Bajpai, Singh, Singh, & Shukla, 2004).

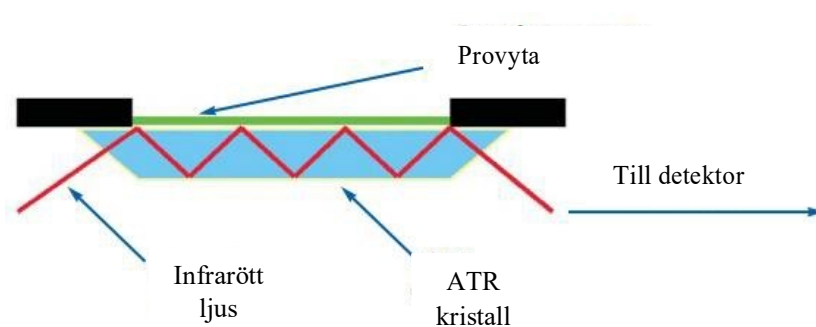
1.5 Analyismetoder

1.5.1 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

När ett material utsätts för infraröd strålning börjar molekylerna i materialet vibrera. Alla molekyler har ett unikt vibrationsläge och absorberar den infraröda strålningen på ett specifikt sätt (Mendelsohn, 2007). Genom att med detektorer mäta hur mycket av strålningen som absorberas vid olika våglängder infrarött ljus fås ett unikt spektrum, ur vilket det är möjligt att dra slutsatser om vad det analyserade provet består av. Funktionella grupper i materialet kan avläsas i form av olika toppar på detta spektrum och storleken på dessa toppar indikerar hur mycket av en specifik funktionell grupp som förekommer i materialet. Baserat på storleksskillnader i enskilda utvalda toppar mellan polymeriserat och icke-polymeriserat material är det möjligt att beräkna hur stor andel av materialet som reagerat från monomer till polymer (Abed, Sabry & Alrobeigy, 2015).

Attenuated Total Reflection (ATR) är en variant av FTIR som baseras på ljusets förmåga att reflekteras när det går från ett material med högt brytningsindex till ett

material med lägre brytningsindex. Provet som ska analyseras placeras på en kristall med betydligt högre brytningsindex än provet och infrarött ljus strålas genom kristallen mot provet. På grund av det höga brytningsindexet kommer en del av ljuset reflekteras tillbaka och vidare till en detektor (figur 8). Utav ljuset som reflekteras tillbaka för att sedan gå vidare till detektorn har en del absorberats av provet, och enligt detta fås IR-spektrat för det analyserade materialet (Elmer, 2005).



Figur 8. Funktionsprincipen för ATR-FTIR.

1.5.2 Differential Scanning Calorimetry – DSC

Vid analys med DSC studeras skillnaden i värmeflöde mellan ett prov och en referens. Referensen består av enbart en tom provbehållare och denna jämförs med en likadan behållare som innehåller provet. Provet, vars massa är känd, värms upp eller kyls ner och skillnaden i värmeflödet studeras. Eftersom det är omöjligt att direkt mäta värmeflödet används indirekta metoder för att beräkna denna, i detta fall används skillnaden i temperatur mellan referensen och provet (Menczel & Prime, 2009). Ur grafen som fås ur analysen går det att avläsa viktiga materialegenskaper såsom glastransitionstemperatur (T_g), smältpunkt och vid vilken temperatur materialet kristalliseras.

DSC- analys ger således insikt i hur ett material beter sig vid olika temperaturer, och detta är avgörande för hur materialet kan processas. Metoden är därför mycket vanlig inom forskning både akademiskt och inom industrin. Analysmetoden är relativt enkel och användarvänlig, speciellt i förhållande till mängden information som fås om provet.

1.5.2.1 Glastransitionstemperatur (T_g)

T_g anger den temperatur vid vilken en polymer övergår från ett stadium där polymerkedjorna är låsta i sina positioner till ett stadium där kedjorna kan röra sig mer fritt. Detta kan också beskrivas som att polymeren övergår från ett glasliknande stadium till ett segare stadium. När T_g överskrids förändras egenskaper såsom hårdhet, volym och Youngs modul. Generellt har polymerer en T_g som är betydligt högre än rumstemperatur, men till exempel HDPE har en negativ T_g på $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$. Exakt vilken T_g ett polymert material har beror på rörligheten och flexibiliteten hos kedjorna. Om kedjorna är mycket rörliga och flexibla kommer polymeren att vid en lägre temperatur övergå från glasliknande till seg. Om kedjorna är låsta och orörliga krävs en större mängd energi för att lösgöra dem, vilket innebär en högre T_g . Om polymerkedjorna är rörliga eller orörliga beror bland annat på om det förekommer starka intramolekylära krafter, om det i kedjan förekommer sådana grupper som motverkar rotation kring bindningarna (t.ex. bensenringar), hur tvärbundet materialet är och vilka sidogrupper som förekommer. Stora sidogrupper kan minska på rörligheten hos kedjan (Balani, Verma, Agarwal & Narayan, 2014).

1.6 Arbetets syfte och målsättning

I detta diplomarbete undersöks hur härdning med UV- och UV-LED enheter påverkar härdningsgraden hos UV-härdande limsystem som används vid produktion av slipmaterial, samt hur mekaniska egenskaper såsom flexibilitet och kornvidhäftning till limlagret påverkas av härdningen. Hur produkten presterar vid praktiska sliptest undersöks också, eftersom den slutliga prestandan är av störst intresse ur ett kommersiellt perspektiv. Limsystem från två av Mirkas produkter undersöks, varav den ena produkten har två olika limsystem beroende på slutprodukts grovlek. Totalt har således tre olika limsystem undersökts under arbetets gång, samtliga var akrylatbaserade. Dessa lim används som så kallade bottenlim, vilket är det limlager som appliceras direkt på bottenmaterialet innan det beströs med slipkorn. Denna kombination av bottenmaterial, lim och slipkorn härdas med UV-strålning innan nästa lager lim, ett så kallat ytlim, appliceras. Ytlimmen och härdning av dessa har inte behandlats i detta arbete.

Tre olika UV-enheter används vid försöken i laboratoriet för att studera hur strålningskällan inverkar på härdningsgraden hos slipmaterialet, två UV-LED enheter som emitterar ljus vid 395 nm respektive 365 nm och en traditionell, kvicksilver UV-enhet som emitterar ett bredare spektrum av våglängder. Härdningsgraden undersöks med FTIR-analys. Genom att studera hur limsystemen härdas och i hur stor utsträckning är det möjligt att optimera produktionsprocessen för att skapa ett slipmaterial med önskade egenskaper och även minimera energiförbrukningen genom insikt i hur inställningarna för strålningskällans output påverkar härdningen.

2 Material och metoder

2.1 Material

2.1.1 Lim

Som tidigare nämnt studerades tre varianter av akrylatbaserade limsystem. Dessa har benämnts 1, 2 och 2 WB. Limsystem 1 och 2 bestod av kring 70 vikt-% oligomerer, 20 vikt-% monomerer för att uppnå en viskositet som är bearbetbar i processen samt 5 vikt-% fotoinitiator. Limsystemen innehöll även en del additiv för att förbättra egenskaper såsom utflytning på och vidhäftning till substratet. Det tredje limsystemet 2 WB är en akrylat dispergerad i vatten, vilket möjliggör ett mycket tunt limskikt efter att vattnet avdunstat, detta lämpar sig för slipprodukter av fina grovlekar.

2.2 Preparation av prov

2.2.1 Prov bestrukna med lim i laboratoriet

Samtliga prov preparerades i Mirkas utrymmen, främst i laboratoriet men även på produktionslinje 8. Som bottenmaterial användes både polyesterfilm och papper, bägge vanligt förekommande inom slipmaterialsproduktion. I de versioner som kördes på produktionslinjen användes papper som bottenmaterial.

I laboratoriet bereddes lim bestående av monomerer och oligomerer enligt samma recept som på produktionslinjen, men i mindre batcher på 100 – 500 gram. Som fotoinitiator används fosfinoxid, i förhållandet 4,55 vikt-% till resten av limblandningen. Denna tillsattes precis innan limmet skulle strykas ut på bottenmaterialet och härddas. Limmet ströks ut på ark utav plast eller papper genom att arket fästes med en klämma på en skiva beklädd med en silikonmatta, varefter en liten mängd lim applicerades i ena änden av arket och en 24 µm rakel (wire bar coater) drogs för hand med jämnt tryck över från arkets övre till nedre del. På pappersark

ströks limmet ut på en latexbehandlad sida och på plastfilm på en kemiskt behandlad sida för att främja adhesionen till bottenmaterialet.

Limmet härdades under någon av laboratoriets UV-enheter:

- UV-LED enhet som emitterar UV-ljus kring 395 nm med effekten 16W/cm
- UV-LED enhet som emitterar UV-ljus kring 365nm med effekten 8W/cm
- Hg-lampa som emitterar ett brett UV-spektrum med effekten 600W/inch

Intensiteten hos lamporna går att justera, för Hg-lampan användes inställningarna high och low, vilket motsvarar 100 % och 66,7 % av lampans möjliga output. UV-LED lamporna kunde ställas in på vilken som helst önskad intensitet mellan 1 % och 100 % av den maximala outputen. Arken placerades på ett transportband som förde dessa under lamporna för att initiera härdningsprocessen. Hastigheten på transportbandet kunde justeras mellan ungefär 5 och 20 m/min. Två olika limsystem undersöktes och de specifika parametrarna som använts vid härdning för samtliga prover framgår ur tabell 1. De parametrar som justerades var lampans intensitet och banhastigheten med vilken proverna passerade under lampan. Alla tre UV-ljuskällor användes, UV-LED med våglängderna 365 nm och 395 nm samt den konventionella UV-lampan. Alla prov bestrålades från limsidan.

När proverna härdats förvaras de i ett klimatkontrollerat rum med luftfuktigheten 50-55 % och temperaturen 22 °C i ett mörkt skåp för att förhindra vidare härdning orsakad av omgivningens ljus. Vid transport placeras proverna i en låda i ett försök att hålla omgivningen så fri från extra ljus som möjligt.

Tabell 1. Härdningsparametrarna för de prov som preparerades i laboratoriet

Prov#	Lim	Lampa	Intensitet [%]	Banhastighet [m/min]
L1	1	Hg	High	15
L2	1	Hg	Low	15
L3	1	365	100	15
L4	1	365	100	10
L5	1	365	100	5
L6	1	365	50	15
L7	1	365	50	10
L8	1	365	50	5
L9	1	395	100	15
L10	1	395	100	10
L11	1	395	100	5
L12	1	395	50	15
L13	1	395	50	10
L14	1	395	50	5
L15	2	365	100	15
L16	2	365	100	10
L17	2	365	100	5
L18	2	365	50	15
L19	2	365	50	10
L20	2	365	50	5
L21	2	395	100	15
L22	2	395	100	10
L23	2	395	100	5
L24	2	395	50	15
L25	2	395	50	10
L26	2	395	50	5

2.2.2 Strödda prov i laboratoriet

Lim bereddes enligt samma metod som tidigare beskrivits, men för de prov som beströddes med slipkorn användes papper som bottenmaterial. Som slipkorn användes värmebehandlad aluminumoxid (Al_2O_3) av grovleken P80. Hur mycket lim som appliceras innan slipkornen avgörs av kornstorleken, då större korn behöver en större mängd lim för att ta fast vid bottenmaterialet på ett tillfredställande sätt. Eftersom slipkorn av grovlek P80 används frekvent inom slipmaterialsproduktion användes

mängden lim som används på produktionslinjerna som referens för hur mycket lim som applicerades när dessa prover producerades i laboratoriet.

Limmet ströks ut för hand med en 24 μ rakel på papper. Slipkornen applicerades på limytan genom att en sträng med slipkorn applicerades överst på pappret, och genom pappret sakta lyftes i den övre ändan föll kornen ner längs med pappret och fastnade på den yta som limmet applicerats på. De korn som inte fastnade på limmet samlades upp i ett avfallskärl. Efter att proven beströtts härdades de under laboratoriets UV-enheter. Försök gjordes med att härda proverna från framsidan och även baksidan. Hg-lampan kördes på inställningarna high och sedan low (motsvarar 100 % och 66,7 % av maximal intensitet), och 395 nm samt 365 nm UV-LED kördes på full intensitet. De exakta parametrarna med vilka de olika proven härdats framgår ur tabell 2. Limsystem 1 och 2 användes.

Proverna som tillverkats enligt detta förfarande användes sedan vid test av kornvidhäftning med Erichsen Scratch Tester. Materialet klipptes för hand till bitar som passar på Scratch Testern.

Tabell 2. Parametrar med vilka de beströdda proverna härdats i laboratoriet

Prov ID	Lim	Banhastighet [m/min]	Lampa	Intensitet [%]	Riktning [framifrån/bakifrån]
SchT1	1	15	Hg	100	Framifrån
SchT2	1	15	Hg	66,7	Framifrån
SchT3	1	15	395 nm	100	Framifrån
SchT4	1	15	365 nm	100	Framifrån
SchT5	1	12	395 nm	100	Framifrån
SchT6	1	12	395 nm	100	Bakifrån
SchT7	1	12	365 nm	100	Framifrån
SchT8	1	12	365 nm	100	Bakifrån
SchT9	2	15	Hg	100	Framifrån
SchT10	2	15	Hg	66,7	Framifrån
SchT11	2	15	395 nm	100	Framifrån
SchT12	2	15	365 nm	100	Framifrån
SchT13	2	12	395 nm	100	Framifrån
SchT14	2	12	395 nm	100	Bakifrån
SchT15	2	12	365 nm	100	Framifrån
SchT16	2	12	365 nm	100	Bakifrån

2.2.3 Prover tillverkade på produktionslinjen

De prover som tillverkades på produktionslinjen producerades enligt standardförfarande för bottenlim. De exakta parametrarna som användes vid körningarna framgår ur Appendix C, och en simplificerad version som fokuserar på UV-lampornas inställningar finnes i tabell 3. Två olika limsystem användes, här benämnda 2 och 2 WB. Flera olika kombinationer av UV-LED och Hg-lampor med olika intensitet användes och banan bestrålades både från fram- och baksidan. Prover med och utan slipkorn tillverkades, där de utan slipkorn användes för FTIR analys och de med slipkorn för praktiska sliptester. Proverna med enbart lim tas direkt från produktionslinjen, efter UV-enheterna utan att stanna banan, och sandproverna tas ur det färdigproducerade materialet. Som bottenmaterial användes både papper och film. De slipkorn som användes bestod av värmebehandlad aluminiumoxid och var av grovlek P240 och P320.

På produktionslinjen användes följande lampor för att initiera fotoreaktionen:

- UV-LED enhet som emitterar UV-ljus kring 395 nm med effekten 15W/cm
- Hg-lampa (benämns UV i tabell 3) med effekten 600W/inch

Proverna som tillverkades på produktionslinjen karaktäriserades genom praktiska sliptest för de prov som beströts med sand, samt genom FTIR analys på de prov som enbart beströks med lim. De prover som analyserades med FTIR bestod således enbart av substrat plus bottenlim, medan de prover som slipades var fullgoda slipmaterial med korn och ytlim.

Tabell 3. UV-lampornas inställningar vid provtillverkning på produktionslinjen samt vilket limsystem, vilka slipkorn och vilket bottenmaterial som använts

Prov	Bottenlim	Bottenmaterial	Slipkorn [grovlek]	UV [%]	UV LED	UV LED position
TR1.1	2	Papper	P240	100	-	-
TR1.2	2	Papper	P240	-	25	Bakifrån
TR1.3	2	Papper	P240	-	40	Bakifrån
TR1.4	2	Papper	P240	-	60	Bakifrån
TR1.5	2	Papper	P240	-	80	Bakifrån
TR1.6	2	Papper	P240	40	80	Bakifrån
TR1.7	2	Papper	P240	60	80	Bakifrån
TR1.8	2	Papper	P240	80	80	Bakifrån
TR1.9	2	Papper	P240	100	80	Bakifrån
TR1.10	2	Plastfilm	P240	-	25	Bakifrån
TR1.11	2	Plastfilm	P240	-	80	Bakifrån
TR1.12	2	Plastfilm	P240	40	80	Bakifrån
TR1.13	2	Plastfilm	P240	100	80	Bakifrån
TRWB1.2	2 WB	Papper	P320	-	25	Bakifrån
TRWB1.3	2 WB	Papper	P320	-	40	Bakifrån
TRWB1.4	2 WB	Papper	P320	-	60	Bakifrån
TRWB1.5	2 WB	Papper	P320	-	80	Bakifrån
TRWB1.6	2 WB	Papper	P320	40	80	Bakifrån
TR2.1	2	Papper	P240	-	80	Bakifrån
TR2.2	2	Papper	P240	100	80	Bakifrån
TR2.3	2	Papper	P240	100	-	-
TR2.4	2	Papper	-	-	25	Bakifrån
TR2.5	2	Papper	-	-	40	Bakifrån
TR2.6	2	Papper	-	-	60	Bakifrån
TR2.7	2	Papper	-	-	80	Bakifrån
TR2.8	2	Papper	-	100	80	Bakifrån
TR2.9	2	Papper	-	40	-	-
TR2.10	2	Papper	-	60	-	-
TR2.11	2	Papper	-	80	-	-
TR2.12	2	Papper	-	100	-	-
TR2.13	2	Papper	P240	-	80	Bakifrån
TR2.14	2	Papper	P240	100	80	Bakifrån
TR2.15	2	Papper	P240	100	-	-
TRWB2.16	2 WB	Papper	P320	-	80	Bakifrån
TRWB2.17	2 WB	Papper	P320	100	80	Bakifrån
TRWB2.18	2 WB	Papper	P320	100	-	-
TRWB2.19	2 WB	Papper	-	-	25	-
TRWB2.20	2 WB	Papper	-	-	40	Bakifrån
TRWB2.21	2 WB	Papper	-	-	60	Bakifrån
TRWB2.22	2 WB	Papper	-	-	80	Bakifrån
TRWB2.23	2 WB	Papper	-	100	80	Bakifrån
TRWB2.24	2 WB	Papper	-	40	-	-
TRWB2.25	2 WB	Papper	-	60	-	-
TRWB2.26	2 WB	Papper	-	80	-	-
TRWB2.27	2 WB	Papper	-	100	-	-

2.3 Analys av prov

2.3.1 FTIR-analys för att avgöra härdningsgrad

För att studera limmets härdningsgrad används ATR-FTIR. Genom att studera förekomsten av dubbelbindningar i materialet är det möjligt att avgöra härdningsgraden, i och med att andelen dubbelbindningar i limmet minskar då det polymeriseras och tvärbinds (Imazato, McCabe, Tarumi, Ehara & Ebisu, 2001). Polymerisationsgrad och härdningsgrad kan således i detta fall användas synonymt. Analyserna utförs med Nicolet iS50 ATR utrustad med en diamantkristall och totalt 16 skanningar genomfördes på tre olika punkter på provet. Hur mycket dubbelbindningar som förekommer på ytan av provet fås genom att integrera arean under de absorptionstoppar på spektrumet som motsvarar dessa bindningar (tabell 4). ATR-FTIR analyserar endast ytan på provet, och härdningsgraden behöver inte nödvändigtvis vara den samma genom hela provets tjocklek. Arean under topparna integrerades mot samma baslinje för samtliga resultat, och för att få jämförbara resultat användes en topp som inte ändrar vid polymerisationen som jämförelse. I detta fall har C=O bindningen vid 1725 cm^{-1} använts för att jämföra resultaten, då denna förblir oförändrad under reaktionens gång. Härdningsgraden beräknas alltså enligt hur mycket dubbelbindningar som förekommer i förhållande till C=O toppen för härdat lim versus dubbelbindningar i förhållande till C=O toppen i ohärdat lim (ekvation 2). Skillnaden uttrycks i procent för enkel tolkning av resultaten.

$$\frac{\left(\frac{C=C}{C=O}\right)_{\text{härdad}}}{\left(\frac{C=C}{C=O}\right)_{\text{ohärdad}}} \cdot 100\% \quad (2)$$

Tabell 4. Absorptionsområden för funktionella grupper (Sigma-Aldrich, 2020)

Våglängd [cm^{-1}]	Bindning
1725	C=O
1650 – 1600	Konjugerad C=C
810	C=C
1400	Aromatisk C=C

2.3.2 Prover för DSC

För att ta reda på T_g hos det härdade limmet analyseras detta med DSC. T_g anger den temperatur vid vilken ett polymert material övergår från hårt och fast till ett mjukare tillstånd. Vid analysen användes TA Instruments Discovery DSC 250 och en temperaturramp på $-70\text{ }^{\circ}\text{C} - 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ kördes med uppvärmningshastigheten $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. För att detektera T_g är en snabb uppvärmningshastighet att föredra (Liu, Yu, Liu, Chen & Li, 2009), eftersom området för T_g då blir så synligt som möjligt på den graf som beskriver värmefflöde mot temperatur som fås ur analysen.

Proverna för DSC analyserna tillverkades i laboratoriet, där lim blandades enligt samma recept som i produktionen med en tillsats av 4,55 vikt-% fosfinoxid som fotoinitiator. Dessa härdades under laboratoriets UV-LED enheter, vissa prover med våglängder 365 nm och övriga med 395 nm. Härdningen utfördes genom att dra ner på hastigheten på transportbandet med vilket limmet passerar lampan till 5 m/min för att få en genomhärdad produkt. Lampornas intensitet var 100 % för samtliga prover. Limmet applicerades på plastfilm i små droppar och när dessa härdats togs de bort från filmen och placerades i behållare som förvarades mörkt fram till analystillfället.

Vid analystillfället delades de härdade limproverna i ännu mindre andelar på 2-3 mg, och dessa placerades i aluminiumkoppar med lock designade för DSC analys. Locket trycks fast och en kopp innehållande prov och en tom referens placerades i instrumentets analyskammare. Den förinställda temperaturrampen på $-70\text{ }^{\circ}\text{C} - 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ körs och instrumentet analyserade värmefflödet till de två kopparna. T_g syns som en förskjutning i baslinjen på den graf som fås ur analysen. De prover som härdats under

365 nm och 395 nm UV-LED enheterna analyserades skilt. Varje analys upprepas 2-3 gånger för att fastställa testresultatets tillförlitlighet.

2.3.3 Erichsen Scratch Tester (Universal Scratch Tester 413)

För att undersöka vidhäftningen av slipkornen till bottenlimmet användes Universal Scratch Tester 413 från Erichsen. En kraft på 0,1 till 10 N (Erichsen, 2019) applicerades på en diamantnål som dras över ett materials yta, i detta fall ett slipmaterial. Ytan studeras sedan i mikroskop för att avgöra om slipkornen lossnat från bottenmaterialet. Om det tydligt lossnat korn i det spår där nålen gått över ytan bedöms testet som misslyckat, och den största kraft som materialet klarar av utan tydligt kornbortfall noteras som testresultat. Tillverkningsmetoden av de prov som testades med denna metod framgår ur kapitel 2.1.2 Strödda prov i laboratoriet.

2.3.4 Kaliumpermanganat (KMnO₄)-test

För att snabbt avgöra hur hårdad en limyta är kan en droppe 1%-ig KMnO₄ lösning appliceras på ytan. Droppen får vila på ytan i 2 minuter, därefter torkas den bort med ett papper. Ytan som droppen var i kontakt med färgas brun om denna inte är fullständigt hårdad, eftersom kaliumpermanganaten oxiderar de dubbelbindningar som finns i materialet. Om ytan inte färgas brun av kaliumpermanganatlösningen finns inga dubbelbindningar kvar, vilket indikerar att materialet har härdats väl. Metoden är enkel och snabb men ger inga exakta resultat för härdningsgraden, endast en fingervisning för om det ännu förekommer dubbelbindningar i ytan. Om det limlager som härdats är tjockt kan härdningsgraden djupare ner i limskiktet vara annan än på ytan där testet utförs (CA Coatings & Adhesives, 2017).

2.3.5 Flexibilitet

Limytans flexibilitet kan enkelt studeras genom ett böjningstest där ett bottenmaterial bestruket med lim böjs 180° runt cylindrar med minskande diameter. Testmetoden är inspirerad av, men inte identisk med den testmetod som beskrivs i ISO 1519:2011.

Lim stryks ut och hårdas på polyesterfilm. Dessa prov klipps till mindre bitar med en bredd på 2 cm och längd på cirka 10 cm. Provbitarna böjs runt cylindrar med en diameter på 6 – 2 mm, med början från den grövre ändan. Cylindrarna fästs på en 0,5 kg vikt, provet böjs runt cylindern och lyfts rakt upp. Efter 5 sekunder avslutas testet och vikten sänks ner igen. En visuell bedömning görs för att avgöra om provet klarat testet eller inte. Om limytan spricker eller om limmet lösgörs från polyesterfilmen betraktas provet som misslyckat, provet är inte flexibelt nog för att klara påfrestningen (Schumacher, 2010). Testet upprepas tre gånger per prov.

2.3.6 Sliptest

För att studera prestandan hos ett slipmaterial har Mirka utvecklat interna testmetoder som används såväl vid utvecklingsarbete som vid kvalitetskontroll av material producerat i fabriken. Dessa test används för utvärdering av slipmaterial som i samband med detta arbete har producerats på tillverkningslinjen och finns beskrivna i Mirka testinstruktion QP-112-T (Mirka, 2020).

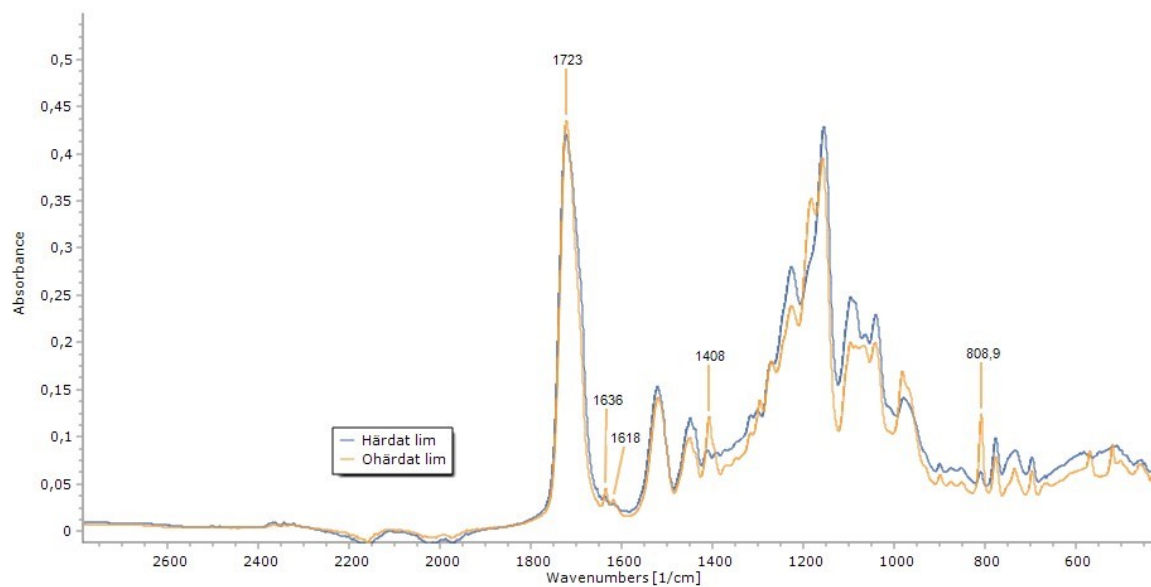
En rondell med diametern 150 mm och 15-hålskonfiguration slipas med ett jämnt tryck och under en specificerad tid på en lackad plåt som tillverkats för testet. Sliptestet utförs av en sliprobot, och samma tryck och tid för slipning ställs in för samtliga prov i enlighet med testinstruktion QP-112-T för att säkerställa jämförbarheten.

3 Resultat och diskussion

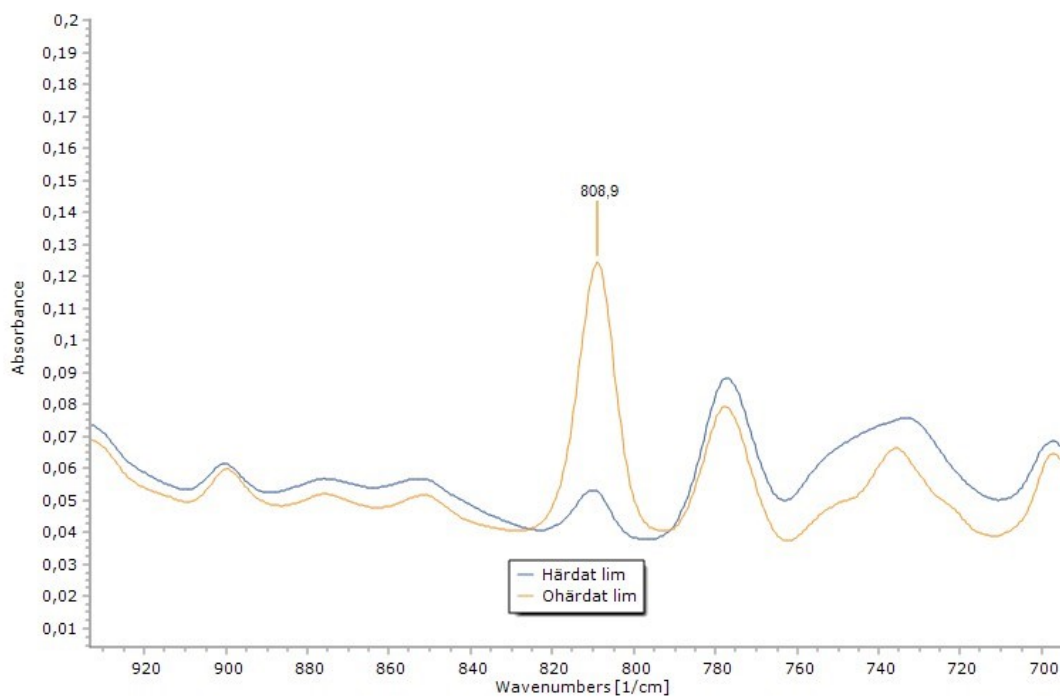
3.1 Utvärdering av härdningsgrad

3.1.1 FTIR-analys

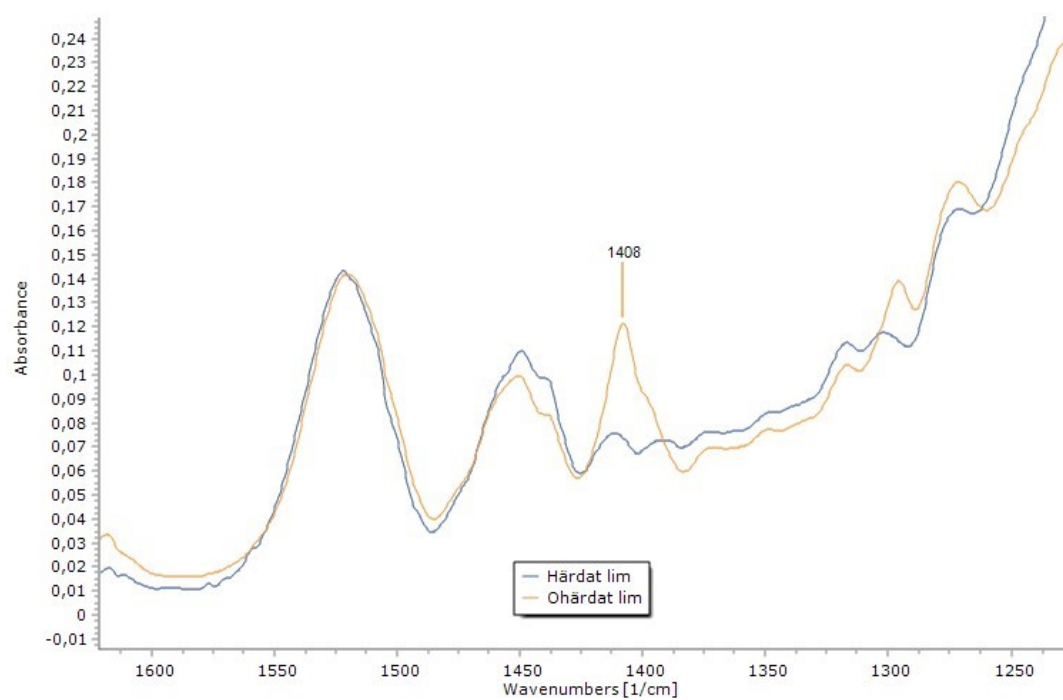
För att studera hur stor andel av mono- och oligomererna i limsystemet som konverterats till polymerer, det vill säga hur stor andel av limmet som härdats, användes ATR-FTIR. Prover som tillverkats i laboratoriet såväl som på produktionslinjen analyserades. Resultaten från analyserna i sin helhet framgår ur appendix A och B medan ett sammandrag av prover gjorda i laboratoriet respektive på produktionslinjen presenteras i figur 13 och 14. Härdningsgraden anges i procent och har beräknats genom att jämföra andelen dubbelbindningar vid de analyserade topparna i ohärdat akrylatlim med de härdade proverna. Som tidigare nämnts studerades tre olika toppar som motsvarar dubbelbindningar vid cirka 810 cm^{-1} , 1400 cm^{-1} och 1600 cm^{-1} (figur 9 - 12) med toppen vid 1720 cm^{-1} som referens för normalisering av resultaten. För proven som tillverkades i laboratoriet justerades ljusets intensitet och banhastigheten med vilken proverna passerade lampan och tre olika UV-ljuskällor användes för att initiera polymerisationsreaktionen. Exakt vilka parametrar som använts framgår ur tabell 1 i kapitel 2.2.1, banhastigheten varierades mellan 5 – 15 m/min och intensiteten på UV-LED enheterna var antingen 50 % eller 100 %. Samtliga prov analyserades på tre olika punkter och standardavvikelsen detta ger upphov till redogörs appendix A och B samt i form av felstaplar i figur 13 och 14. Två olika akrylatsbaserade limsystem användes till proverna tillverkade i laboratoriet, här benämns dessa lim 1 och 2. På produktionslinjen användes det andra limsystemet, lim 2, samt ett tredje limsystem som benämns lim 2 WB.



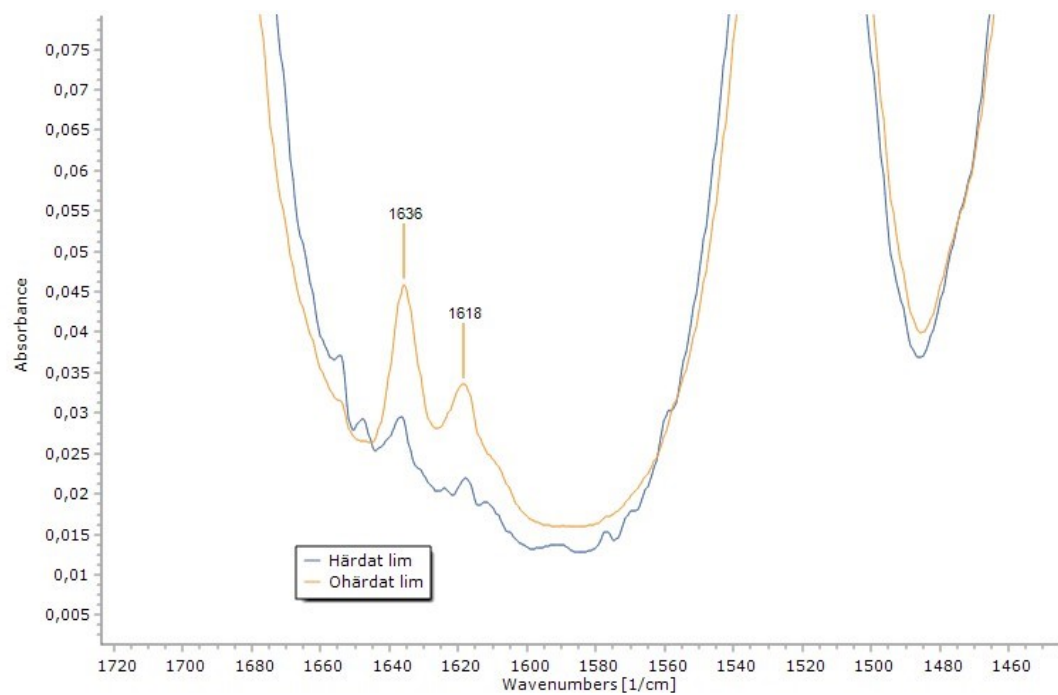
Figur 9. FTIR spektrum för ohärdat akrylatlim jämfört med härdat akrylatlim (limsystem 2).



Figur 10. Toppen vid 810 cm^{-1} på ATR-FTIR spektrumet.



Figur 11. Toppen vid 1400 cm⁻¹ på ATR-FTIR spektrumet.



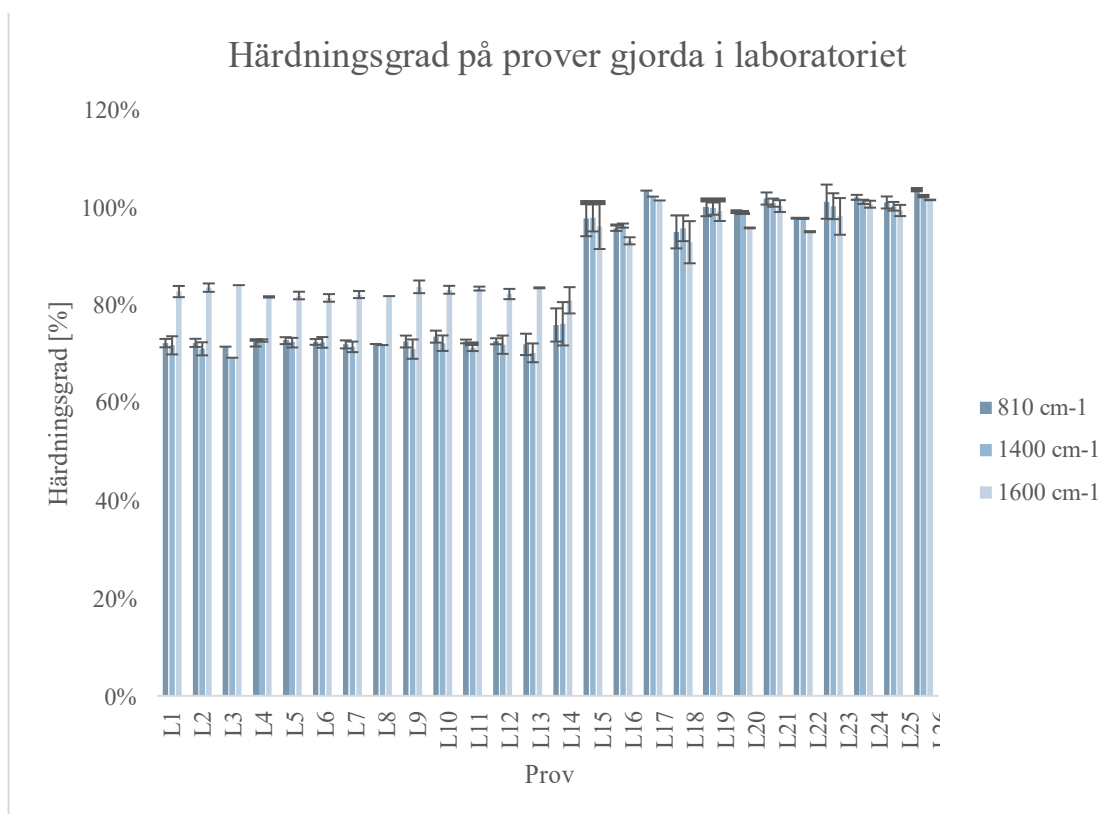
Figur 12. Dubbeltoppen vid 1600 - 1650 cm⁻¹ på ATR-FTIR spektrumet.

Den största skillnaden i härdningsgrad kan observeras mellan limsystem 1 och 2 hos de prov som preparerats i laboratoriet. Limsystem 1 har genomgående en härdningsgrad på kring 70 % oavsett vilken UV-ljuskälla, banhastighet och ljusintensitet som använts. Limsystem 2 har konsekvent en härdningsgrad på 90 – 100 % oavsett vilka parametrar som använts vid tillverkningen av provet. Värt att notera är att ATR-FTIR enbart analyserar ytan av materialet, och att härdningsgraden djupare ner i limmet kan vara lägre eftersom UV-härdande limsystem härdas uppifrån och ner. Överlag verkade limsystem 2 konverteras till polymer till en högre grad än limsystem 1. Detta beror antagligen på att kompositionen för limsystem 1 är mer känslig för de faktorer som motverkar polymerisationsprocessen eftersom mängden UV-strålning som materialet behandlats med är samma för testserien med limsystem 1 och limsystem 2. Det som motverkar konverteringen till polymer kunde vara syrehinhibering eller så är geometrin för nätverket som mono- och oligomererna bildar ett sådant att de aktiva områdena på molekylerna stängs in och inte reagerar till fullo, ett problem med steriska hinder uppkommer.

Ett annat intressant fenomen som framkommer ur figur 13 är att toppen för konjugerade dubbelbindningar vid $1600 - 1650\text{ cm}^{-1}$ för limsystem 1 visar på en cirka 10 % högre konverteringsgrad än pikarna vid 810 cm^{-1} och 1400 cm^{-1} . Detta indikerar att de konjugerade dubbelbindningarna i limsystem 1 reagerar lättare än de övriga dubbelbindningarna. Samma fenomen noteras inte hos limsystem 2. Orsaken till att en viss typ av dubbelbindningar verkar reagera i en högre grad är antagligen den molekylära strukturen hos de komponenter som använts i limsystemet. I limsystem 1 och 2 används uretanakrylater, men de exakta strukturerna för oligomererna som använts är inte kända vilket innebär att det inte går att avgöra var området som verkar reagera mer än övriga ligger på molekylen. Eftersom detta inte är känt är det inte heller möjligt att med säkerhet avgöra varför systemet reagerar som det gör, men orsaken kunde vara stereokemisk. Det är möjligt att de konjugerade dubbelbindningarna är särskilt utsatta för de radikaler som initierar reaktionen, och således reagerar i större utsträckning än de övriga dubbelbindningarna.

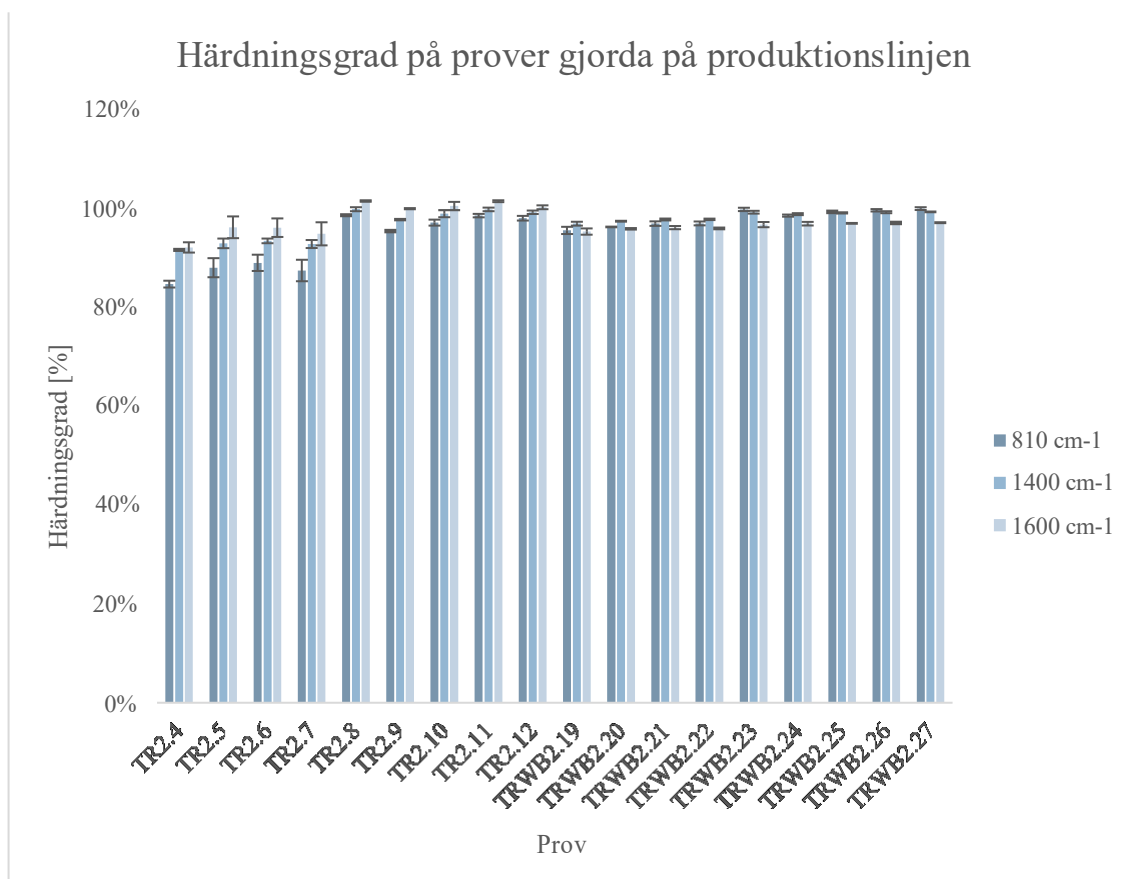
För de prover som tillverkats på produktionslinjen med limsystem 2 WB är härdningsgraden genomgående mycket hög, 95 – 100 % oavsett vilka körparametrar som använts. En större skillnad mellan proverna går att notera bland de prov som tillverkats med limsystem 2. Där har de prov som enbart bestrålats bakifrån med en

UV-LED på 25 - 80 % intensitet en härdningsgrad på 85 – 89 %. I de fall där proven bestrålats från limsidan är härdningsgraden högre, 95 – 98 %. På produktionslinjen varierades inte banhastigheten mellan de prover som togs för FTIR-analys, enbart intensiteten på UV-enheterna justerades.



Figur 13. Härdningsgraden i procent för de prov som preparerats i laboratoriet. Prov L1 – L14 tillverkades med limformulering 1 och L15 – L26 med limformulering 2.

För varje prov har konverteringsgraden vid tre olika toppar på FTIR-spektrumet studerats, 810 cm⁻¹, 1400 cm⁻¹ och 1600 cm⁻¹.

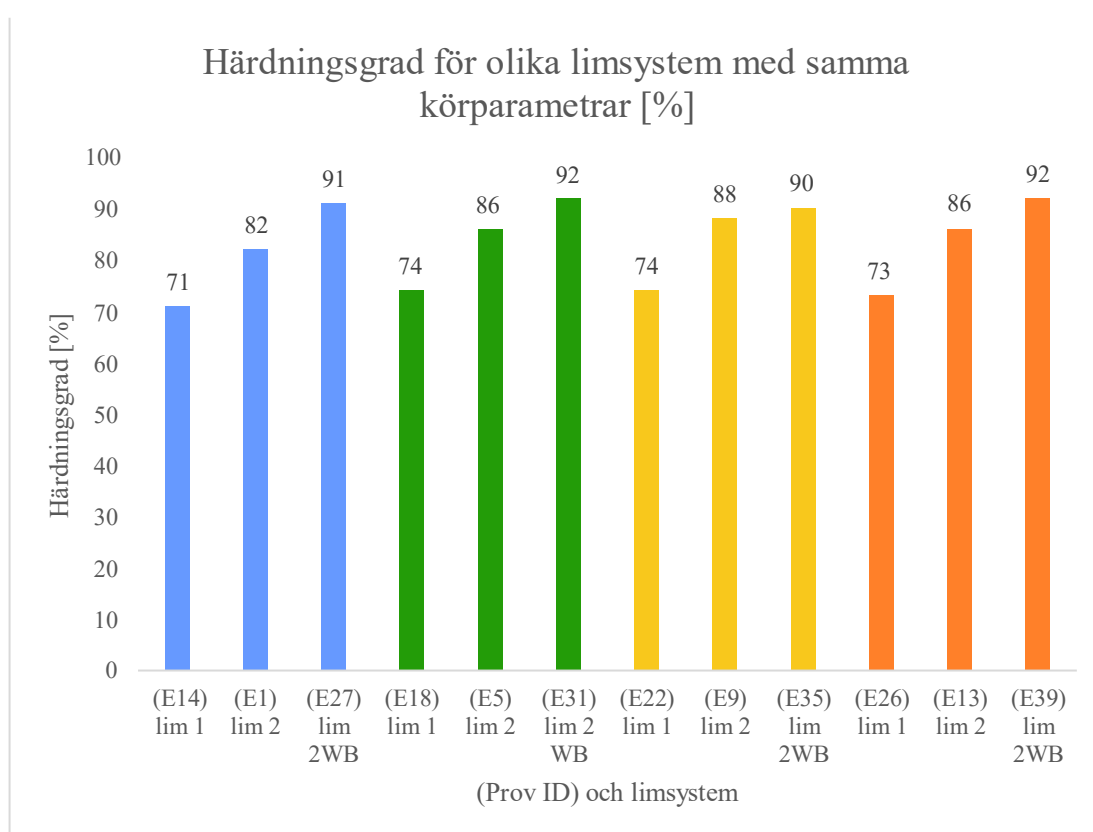


Figur 14. Härtningsgrad för prov från produktionslinjen med limformulering 2 (TR2.4 – TR2.9) och limformulering 2 WB (TRWB2.19 – TRWB2.27).

På de tester som tillverkades i laboratoriet inverkade banhastigheten inte nämnvärt på härtningsgraden, även om banhastigheten i teorin påverkar den totala dosen UV-strålning som materialet utsätts för. Banhastigheten varierades dock enbart mellan 5 och 15 m/min, medan ett material som körs i fabriken kan produceras med en hastighet på upp till 50 m/min och normal produktionshastighet ligger på cirka 30 m/min. För att vidare undersöka hur härtningsgraden påverkas av de parametrar som enkelt kan varieras vid tillverkning gjordes en serie tester på ett externt laboratorium. Där varierades banhastighet, limlagrets tjocklek och UV-enhetens intensitet. Vid dessa försök användes enbart en Hg-lampa som outputen varierades på mellan 50 %, 75 % och 100 %. Limlagrets tjocklek var 5 μm eller 10 μm och banhastigheten varierades mellan 20 och 40 m/min. De exakta parametrarna och den resulterande härtningsgraden för varje prov åskådliggörs i appendix D och en sammanfattning av

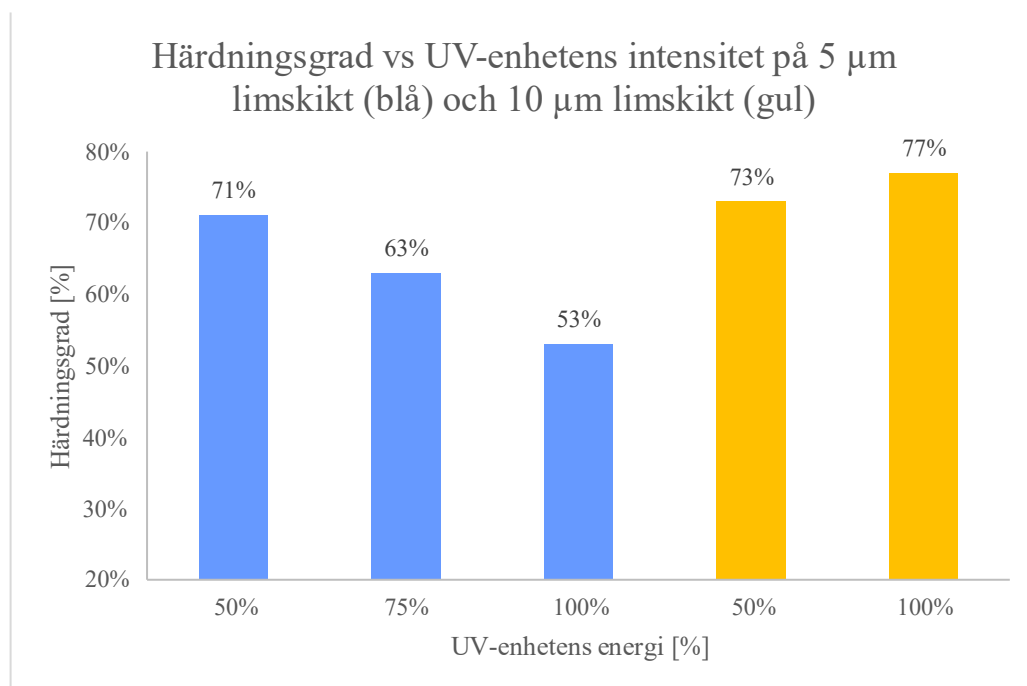
några av de mest intressanta resultaten fås ur figur 15 och figur 16. Vid dessa FTIR-analyser användes enbart toppen vid 810 cm^{-1} för att studera härdningsgraden.

Ur figur 15 kan man avläsa hur de tre limsystemen 1, 2 och 2 WB härdas under samma förhållanden. I diagrammet presenteras fyra olika grupper körparametrar och gemensamt för samtliga är att limsystem 1 härdas till lägst grad och 2 WB härdas mest. Samma mönster kunde noteras i samtliga fall, även de som inte presenteras i figur 15 och detta tyder igen på att limformuleringen som används har en större inverkan på hur materialet konverteras till polymer än de fysikaliska parametrar som tillämpas vid härdning av materialet. Samma fenomen noterades tidigare i bland annat figur 13. Detta betyder dock inte att körparametrarna inte har någon som helst inverkan på härdningsgraden av materialet, men kemin verkar spela en mycket mer betydande roll.



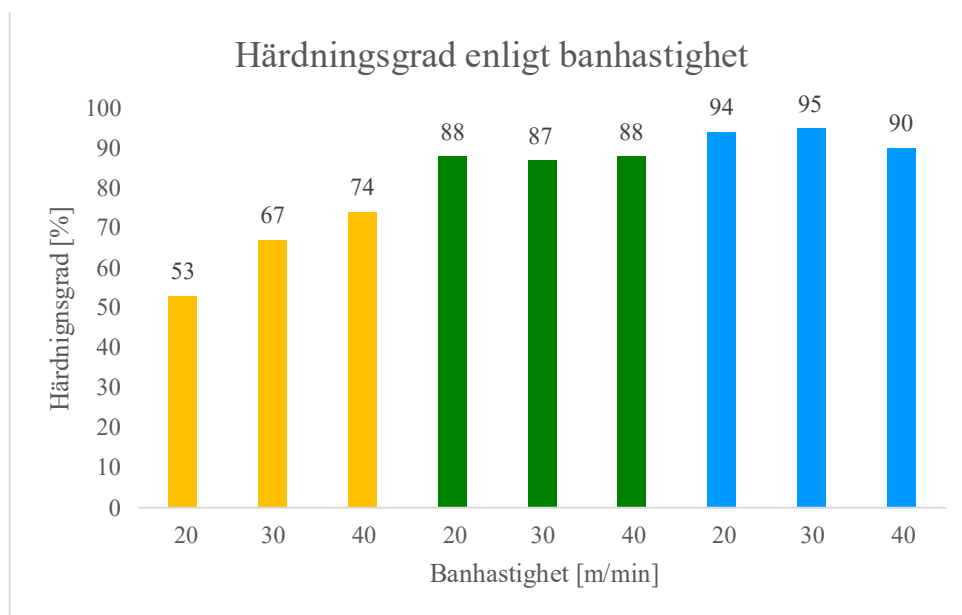
Figur 15. Härdningsgrad på prover som producerats med samma körparametrar (samma färg indikerar samma körparametrar) men med tre olika limsystem (1, 2 och 2WB). De exakta körparametrarna för proverna framgår ur appendix D.

En parameter som däremot verkar ha en stor inverkan på hur väl materialet härdas är tjockleken hos limlagret som applicerats, i alla fall för limsystem 1. I figur 16 åskådliggörs skillnaden på härdningsgraden då ett 5 μm och ett 10 μm tjockt limlager härdates under samma förhållanden. De blå staplarna i figur 16 visar på en minskande härdningsgrad då intensiteten av UV-ljuset ökar, vilket går emot basprincipen enligt vilken ett material borde konverteras till en högre grad om mer energi överförs från UV-strålningen till reaktionen. Hos det tjockare limlagret på 10 μm noteras inte samma fenomen. Den bakomliggande orsaken i detta fall är antagligen syreinhibering på ytan, och eftersom en större andel av limlagret utgörs av ytan med ett tunnare skikt noteras effekten enbart där. Den ökade mängden energi som är ämnad att initiera en fotopolymerisationsreaktion ökar istället den oönskade syreinhiberingen av reaktionen. Detta fenomen noteras dock enbart hos limsystem 1, som tidigare även konstaterats härda till en lägre grad än limsystem 2 och 2 WB. Limsystem 1 verkar således betydligt mycket känsligare för syreinhibering än de övriga formuleringarna. Eftersom tjockleken på limlagret vid tillverkning av slipmaterial kan vara så tunt som några μm för de finare grovlekarna kan det vara väsentligt att känna till hur härdningsgraden påverkas när tunna limlager härdas. Vid tillverkningen appliceras slipkorn på det ohärdade limmet, om detta har en inverkan på syreinhiberingen av ytan har inte undersökts.



Figur 16. Inverkan av limskiktets tjocklek på härtningsgraden. De blå staplarna representerar limsystem 1 som applicerats i ett 5 µm tjockt lager och härdats med 50, 75 och 100 % av UV-enhetens maximala intensitet. De gula staplarna representerar samma lim och samma körparametrar med 50 och 100 % av maximala UV-intensiteten. Exakta körparametrar fås ur appendix D.

Banhastigheten varierades mellan 20 och 40 m/min och den resulterande härtningsgraden för limsystem 1, 2 och 2 WB enligt FTIR-analys framgår ur figur 17. För limsystem 2 har banhastigheten minimal inverkan på härtningsgraden, endast ett kast på en procentenhet förekommer. Inverkan av banhastigheten är större för limsystem 2 WB, där en högre banhastighet resulterar i en lägre härtningsgrad, detta för att mindre UV-ljus når ytan när provet passerar lampan snabbare och därför polymeriseras materialet inte i lika hög grad. En motsatt effekt kan dock noteras hos limsystem 1, där en högre banhastighet resulterar i en högre härtningsgrad. Paralleller kan dras mellan detta resultat och hur en ökande UV-ljusintensitet orsakade en lägre härtningsgrad hos limsystem 1. Precis som i det fallet är det antagligen syrehinhiberingen som ökar när en högre dos UV-strålning når provytan, därför härdar de prov som fått en större dos som följd av en långsammare banhastighet sämre. Värt att notera är att vid dessa försök användes en limlagertjocklek på 5 µm, för ett tjockare limlager kunde effekten vara mindre tydlig eller omvänd.



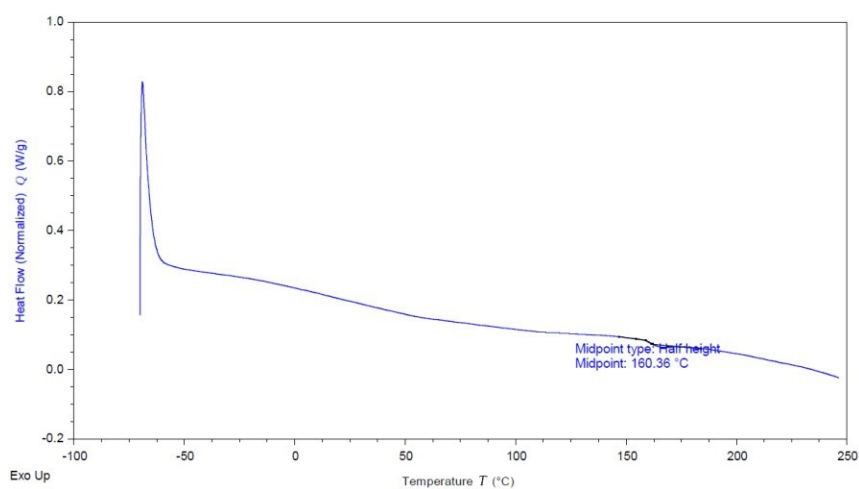
Figur 17. Banhastighetens inverkan på härtningsgraden, limsystem 1 i gult, lim 2 i grönt och lim 2 WB i blått.

3.1.2 DSC-analys

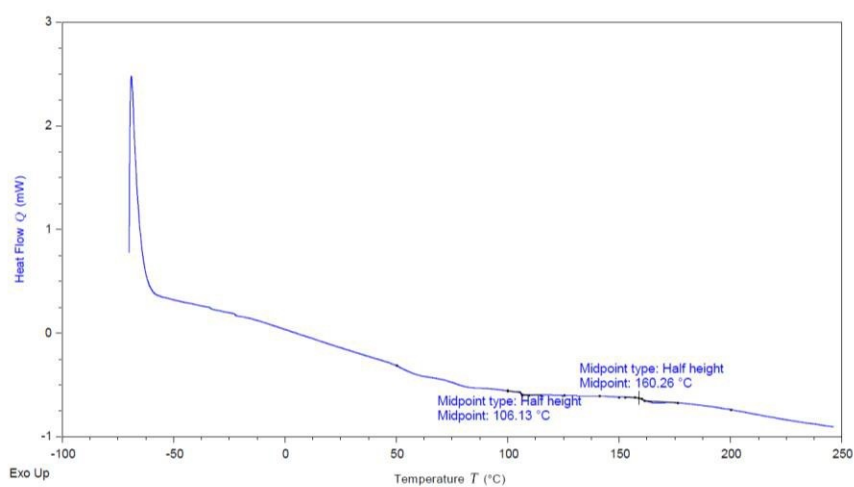
T_g för limsystem 2 undersöktes med DSC-analys. Prover som härdats med UV-LED enheter som emitterar 395 nm och 365 nm studerades. En skillnad i T_g mellan de härdade limsystemen kunde indikera att de härdats på olika sätt, till exempel kunde det finnas en skillnad i hur tvärbundna systemen är. Totalt gjordes 2 analyser per prov, för att säkerställa resultatet. Resultaten från två av mätningarna, en av material härdat under 395 nm UV-LED och en av material härdat under 365 nm UV-LED framgår ur figur 18 respektive 19. Ingen märkbar skillnad noterades för T_g mellan de två härtningsmetoderna. I samtliga fall registrerades ett T_g på cirka 160,3 °C, och detta tyder på att det polymernätverk som uppkommit vid härdning av materialet är likvärdigt mellan de två olika metoderna.

Ur figur 19 går det att urskilja ett skifte i grafen från baslinjen vid 106,13 °C, detta kunde indikera att det funnits ett segment av polymeren som haft ett lägre T_g än 160 °C, men eftersom kurvan återgår till baslinjen längre fram är det även möjligt att det förekommit föroreningar i provet eller instrumentet, baslinjen var inte perfekt vid något av försöken. Samma avvikelse vid 106 °C återfanns inte i något av de andra försöken.

Av dessa resultat går det att konstatera att limsystemets formulering verkar ha större inverkan på hur systemet härdar än de enskilda UV-enheter som använts för att initiera härdning har, åtminstone har våglängden som använts vid härdning ingen noterbar inverkan på T_g . Samma slutsats stöds även av de resultat som presenterades i kapitel 3.1.1, där den tydligaste skillnaden i härdningsgrad fanns mellan olika limsystem och inte inom samma limsystem som härdats med olika parametrar. Avvikelsen vid 106 °C för det ena provet kan avfärdas som en förorening eller mätfel eftersom baslinjen som instrumentet annars producerade inte var perfekt.



Figur 18. T_g för limsystem 2 härdat med 395 nm UV-LED enheten.



Figur 19. T_g för limsystem 2 härdat med 365 nm UV-LED enheten.

3.1.3 KMnO_4 test och korrelation till härdningsgrad

Kaliumpermanganattestet är ett snabbt sätt att visuellt bedöma till hur hög grad ett material har härdats, metoden beskrivs mer ingående i kapitel 2.3.4. Denna metod är inte nära på lika noggrann som till exempel en FTIR analys, men kan vara ett snabbt och enkelt sätt att bedöma ungefär hur härdat ett material är. I det här arbetet bedömdes resultaten från KMnO_4 -testen med en skala på 0 – 3, innebörden hos de individuella betygen förtydligas i tabell 5. Ett högre betyg innebär en mer fullständig härdning. Varje test upprepas tre gånger för att säkerställa resultatet. Limsystem 1 och 2 testades, proverna prepareras enligt förfarandet beskrivet i kapitel 2.2.1 och de exakta parametrarna som använts vid härdning samt resultatet från testet framgår ur tabell 6. Samma prover användes vid ett senare skede för flexibilitetstestning.

Ur tabell 6 framgår det att samtliga prov bedömts med en etta i KMnO_4 testet. Detta innebär att kaliumpermanganaten missfärgade proverna, och således har det funnits dubbelbindningar kvar i limsystemet som KMnO_4 -lösningen kunnat reagera med. Enligt de FTIR analyser som presenterats i kapitel 3.1.1 är det känt att en skillnad i härdningsgrad förekommer mellan prover av limsystem 1 och 2 när de i övrigt härdats med samma parametrar, på grund av problem med syreinhibering hos limsystem 1. Denna skillnad framkommer inte vid analys med KMnO_4 -testet. För att säkerställa att metoden kan producera andra resultat prepareras fler prov enligt samma metodik, men dessa härdas med laboratoriets Hg-lampa på full intensitet och med låg banhastighet. Till exempel visade prover som tillverkats med en banhastighet på 10 m/min och 100 % intensitet från Hg-lampan ett resultat som motsvarade en trea på skalan i tabell 5, det vill säga provet färgades inte alls av kaliumpermanganaten.

Dessa resultat indikerar att det kan vara möjligt att avgöra mycket stora skillnader i härdningsgraden med KMnO_4 -testet, men att även de betydande skillnaderna mellan limsystem 1 och 2 som noterats med övriga, mer noggranna testmetoder, går förlorade när proverna analyseras med denna metod. För att identifiera små skillnader i härdningsgrad är metoden inte användbar. Det är möjligt att små färgskiftningar mellan de fläckar som uppkommer vid testet kan visa på skillnader i härdningsgrad, men dessa färgskillnader går inte att uppfatta med blotta ögat.

Tabell 5. Bedömning av KMnO₄-test

Betyg	Innebörd
3	Ingen fläck
2	Mjölkaktig, vit fläck
1	Brun fläck
0	Material kladdigt eller annars uppenbar låg härdningsgrad

Tabell 6. Resultat från KMnO₄-tester

Prov	Lim	Banhastighet [m/min]	Våglängd [365 nm/395 nm]	Resultat från KMnO ₄ -test [skala 0-3]
FLEX1	1	8	365	1
FLEX2	1	10	365	1
FLEX3	1	12	365	1
FLEX4	1	15	365	1
FLEX5	1	8	395	1
FLEX6	1	10	395	1
FLEX7	1	12	395	1
FLEX8	1	15	395	1
FLEX9	2	8	365	1
FLEX10	2	10	365	1
FLEX11	2	12	365	1
FLEX12	2	15	365	1
FLEX13	2	8	395	1
FLEX14	2	10	395	1
FLEX15	2	12	395	1
FLEX16	2	15	395	1

3.2 Test för att utvärdera mekaniska egenskaper

3.2.1 Kornvidhäftning med Erichsen Scratch Tester

Prover med sand på pappersbotten tillverkades enligt metoden för tillverkning av strödda prov i laboratoriet som beskrevs i kapitel 2.2.2, och vidhäftningen mellan slipkornen och bottenmaterialet undersöktes med Erichsen Scratch Tester. Resultaten åskådliggörs i figur 20. Resultatet anges som den maximala kraft som applicerats på nålen och som inte resulterat i att slipkorn lossnat från materialet. Kontrollen av kornvidhäftningen görs visuellt under mikroskop.

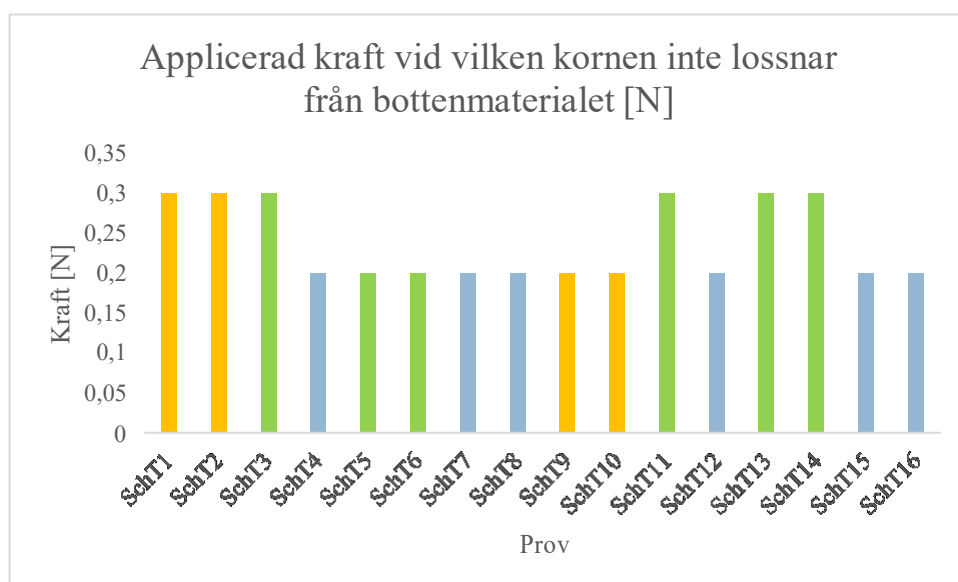
Inget av de prover som undersöktes hade en särskilt bra kornvidhäftning, den mätutrustning som användes kan applicera en kraft på 0,1 – 10 N och proverna klarade 0,2 – 0,3 N. Orsaken till den dåliga vidhäftningen i jämförelse till material producerat på produktionslinjen kan bland annat vara tätheten med vilken kornen är placerade på slipmaterialet. Med den metod som användes för att tillverka proverna går det inte att kontrollera hur tätt kornen placeras på bottenmaterialet, vilket är möjligt på produktionslinjen. Vid tillverkningen av proverna i laboratoriet fås ett prov vars slipkorn ligger tätt intill varandra, vilket påverkar mängden UV-strålning som når ner till limmet.

Ett material som producerats i fabriken har även ett ytlimslager som ytterligare håller kornen på plats, och ett sådant applicerades inte i detta försök och därför kan kornvidhäftningen på dessa prover inte jämföras med färdigproducerat material. Däremot kan proverna jämföras med varandra och det går att konstatera att med avseende på vidhäftningen mellan bottenmaterial, bottenlim och slipkorn gör inte strålkällan till UV-ljuset någon anmärkningsvärd skillnad.

Något som är anmärkningsvärt i figur 20 är hur de prover som härdats med UV-LED med 395 nm våglängd verkar klara sig något bättre i kornvidhäftningstestet. Skillnaden är liten, endast 0,1 N, men konsekvent över flera prov. De två fall där härdning med UV-LED som emitterar 395 nm presterade sämst och kornen klarade enbart en påfrestning på 0,2 N har härdats med en banhastighet på 12 m/min med limsystem 1. I tidigare försök, och som diskuterat i kapitel 3.1.1, kan limsystem 1 härda sämre vid lägre banhastigheter på grund av ökad syreinhibering. Detta kunde vara ett svar på varför kornen på prov SchT5 och SchT6 har en sämre vidhäftning till bottenmaterialet

än övriga prov härdade med samma UV-LED enhet. De prover som härdats med den andra UV-LED enheten som emitterar våglängden 365 nm klarar konsekvent av en påfrestning på 0,2 N oavsett med vilken banhastighet och från vilken riktning provet härdats. Proverna som härdats med den konventionella Hg-lampan klarade en påfrestning på 0,3 N när limsystem 1 använts och 0,2 N när limsystem 2 använts. I övrigt verkar inte limsystem 1 härdat bättre än limsystem 2, men det är möjligt att limsystem 1 härdas bäst under bestrålning med Hg-lampan.

Värt att notera är att skillnaden på 0,1 N är mycket liten och antagligen inte inverkar på hur ett slipmaterial presterar som färdig produkt. På ett material som produceras i fabriken skulle även ytterligare ett ytlimslager som vidare håller kornen på plats appliceras. Eftersom materialet utsätts för krafter när det går vidare i processen från bottenlimningen är en bättre kornvidhäftning redan efter den första omgången lim dock önskvärd. Sammanfattningsvis kan det konstateras att härdning med UV-LED enheten som emitterar 395 nm verkar producera prov med bäst kornvidhäftning, och att det inte verkar spela någon större roll om provet härdas från framsidan med slipkornen eller från baksidan, det vill säga genom bottenmaterialet.



Figur 20. Resultat från kornvidhäftningstester på Erichsen Scratch tester. Material härdat med Hg-lampa i gult, UV-LED med 395 nm våglängd i grönt och UV-LED med 365 nm våglängd i blått.

3.2.2 Flexibilitetstest

För att studera flexibiliteten hos det härdade materialet böjdes en testremsa av plastfilm bestruken med lim runt en stav med stegvis minskande diameter, med start vid 6 mm ner till 2 mm. Metoden beskrivs mer ingående i kapitel 2.3.5, och förfarandet för tillverkningen beskrivs i kapitel 2.2.1. Tre försök per prov utfördes. Resultatet från testen samt parametrarna för provtillverkningen framgår ur tabell 7. Limsystem 1 och 2 testades och UV-LED lamporna kördes på maximal intensitet (100 %) vid härdning. Dessa tester utfördes enbart på prover som härdats med UV-LED.

Ingen märkbar skillnad i flexibiliteten kan noteras mellan proverna tillverkade med limsystem 1, samtliga spricker redan på den största diametern 6 mm. Av detta kan konstateras att limformuleringen, det vill säga vilka mono- och oligomerer som använts, verkar ha större inverkan på flexibiliteten hos materialet än de parametrar som ställs in vid härdning. Mellan de två limsystemen är skillnaden mycket markant eftersom proverna bestrukna med limsystem 2 är mycket flexibla, inte ens på staven med minst diameter bildas sprickor. Orsaken till detta kan vara att de mono- och oligomerer som använts i limsystem 2 är mjukare och mer flexibla än i limsystem 1. Hur flexibiliteten hos bottenlimlagret påverkar egenskaperna hos det slutliga slipmaterialet är inte känt, men antagligen finns ett optimum vid vilket materialet är flexibelt så det inte brister vid användning men samtidigt inte så flexibelt att kornvidhäftningen lider. Att limsystem 2 är mer flexibelt än limsystem 1 kunde förklara varför kornvidhäftningen för limsystem 2 i kapitel 3.2.1 var något sämre när proverna härdats med Hg-lampa. Om limsystem 2 producerar ett mer flexibelt limlager kan slipkornen tänkas lossna vid en lägre påfrestning som följd av det flexibla limmet. Överlag presterade dock de två limsystemen rätt lika i kornvidhäftningstesten.

Tabell 7. Tillverkningsparametrar för prover för flexibilitetstest samt resultat

Prov	Lim	Banhastighet [m/min]	Våglängd [365 nm/395 nm]	Diameter på stav vid bristning [mm]
FLEX1	1	8	365	6
FLEX2	1	10	365	6
FLEX3	1	12	365	6
FLEX4	1	15	365	6
FLEX5	1	8	395	6
FLEX6	1	10	395	6
FLEX7	1	12	395	6
FLEX8	1	15	395	6
FLEX9	2	8	365	-
FLEX10	2	10	365	-
FLEX11	2	12	365	-
FLEX12	2	15	365	-
FLEX13	2	8	395	-
FLEX14	2	10	395	-
FLEX15	2	12	395	-
FLEX16	2	15	395	-

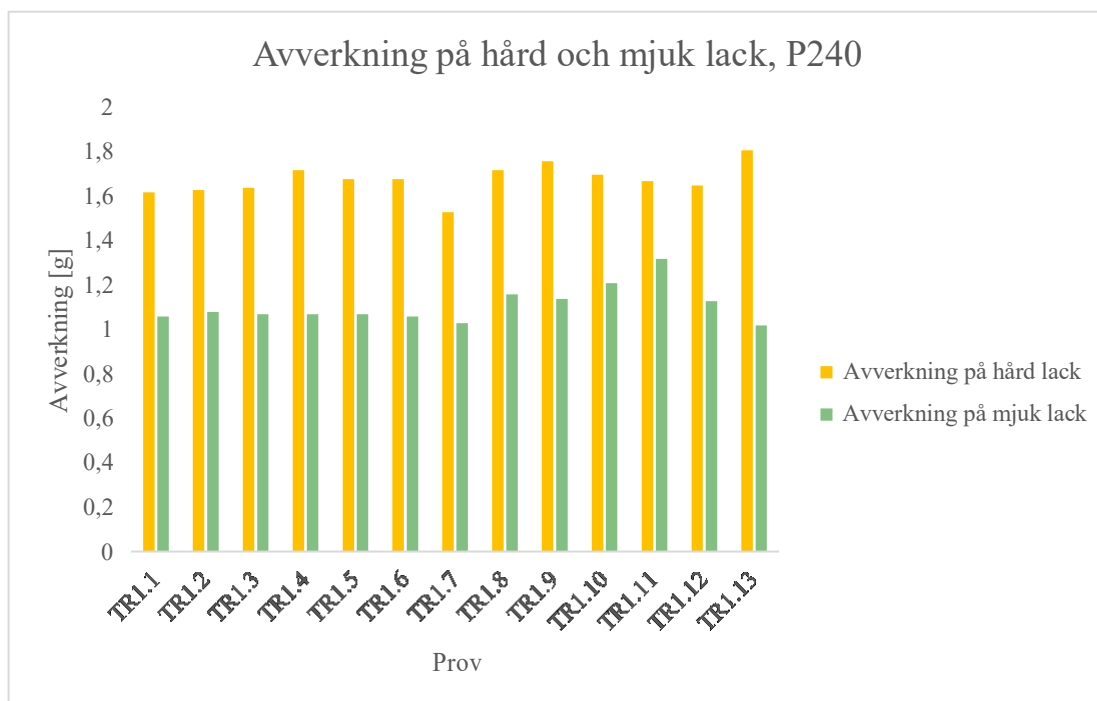
3.2.3 Sliptest

För att utvärdera prestandan hos det material som producerats på produktionslinjen används ett inom Mirka standardiserat sliptest, där en sliprobot slipar en plåt med jämnt tryck under en specificerad tid. Resultaten från sliptesten anges som avverkning av en lackad yta i gram. Två typer av ytor har använts, en hårdare lack och en mjukare, segare lack. Dessa benämns i fortsättningen som mjuk lack och hård lack. Sliptestresultaten jämfördes mot varandra, inom samma grovlek. Prover av grovlek P240 och P320 hade tillverkats för dessa test. De mest relevanta resultaten från testerna sammanfattas i tabell 8 och 9 samt figur 21 och 22.

Hos proverna av grovlek P240 avverkade det prov (TR1.13) som härdats med 100 % intensitet på Hg-lampan och 80 % intensitet på UV-LED enheten med plast som bottenmaterial bäst på hård lack. Utav de prov som tillverkats på papper avverkade prov TR1.9 mest på hård lack, och för denna användes samma inställningar för UV-enheterna som för prov TR.1.13. I bägge serierna var detta den inställning för UV-

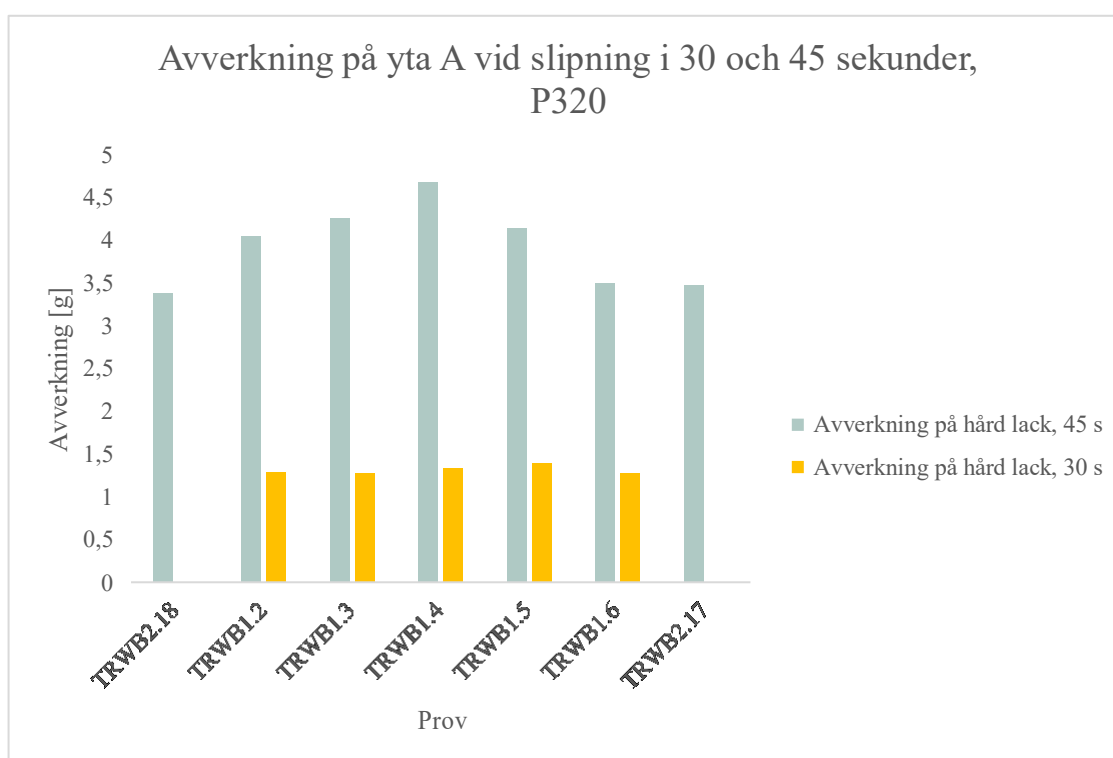
enheterna som levererade mest strålning till materialet, vilket tyder på att det är centralt för slutprestandan hos en produkt att bottenlimslagret härdas väl.

Intressant för proverna av grovlek P240 (figur 21) var att prov TR1.1 som härdats med Hg-UV-enheten på 100 % intensitet presterade sämre i sliptest än prov TR1.2 som härdats med UV-LED på endast 25 % intensitet. Detta var fallet på både hård och mjuk lack, och samma fenomen noteras hos samtliga prov som härdats med enbart UV-LED enheten (TR1.2 – TR 1.5). En möjlig förklaring till detta fenomen vore att den höga intensiteten strålning som Hg-lampan emitterar orsakar syreinhibering som stör härdningsprocessen. Bäst prestanda uppnåddes ändå, som tidigare nämnts, för de prov som fått en hög dos av både UV- och UV-LED enheterna. Dessa prov presterar bäst på bägge ytor, i de fall där de tillverkats med papper som bottenmaterial. Proverna som tillverkats på plast (TR1.10 – TR1.13) presterade bättre på mjuk lack när de härdats med enbart UV-LED enheten. Plast är ett styvare bottenmaterial än papper, och detta inverkar på hur ett slipmaterial avverkar. Från de prover som tillverkades på plast för dessa försök är det svårt att avgöra vilka faktorer som inverkade på avverkningen, vidare försök kunde göras för att undersöka detta.



Figur 21. Avverkning på yta hård och mjuk lack, slipat med proverna av grovlek P240.

För proverna av grovlek P320 (figur 22) utfördes sliptest på hård lack i 30 sekunder och sedan i 45 sekunder. Undantag är prov TRWB2.17 och TRWB2.18 som enbart slipats i 45 sekunder. Samtliga prover av grovlek P320 tillverkades med papper som bottenmaterial. Skillnaderna i avverkning mellan de prov som slipats i 30 sekunder var mycket små, men TRWB1.5 stack ut med högst avverkning i detta fall. Ett slipmaterial som presterar bra initialt kommer inte nödvändigtvis prestera bra över en längre tid, och vid 45 sekunders slipning presterar TRWB1.4 bättre än TRWB1.5. Detta är intressant eftersom bägge härdats med enbart UV-LED enheten, men prov TRWB1.4 på 60 % intensitet och TRWB1.5 på 80 % intensitet. Som kan avläsas ur figur 22 verkar det finnas ett optimum för prestandan vid slipning på hård lack kring proverna TRWB1.4 – TRWB 1.5, de prov som härdats med antingen lägre intensitet på UV-LED enheten eller med både UV-LED enheten och UV-enheten uppvisade sämre slipprestanda.



Figur 22. Avverkningen i gram av ytan vid slipning med P320 prover i 30 och 45 sekunder på hård lack.

För samtliga resultat bör man notera att detta enbart är ett test som snabbt kan ge information om hur mycket ett slipmaterial avverkar under exakta, kontrollerade förhållanden i en sliprobot. Dessa resultat ger en indikation på hur slipmaterialet presterar men resultat vid faktisk användning av slipmaterialet vid kundapplikationer kan och kommer att avvika från de som fås i laboratorium. För att få en täckande helhetsbild av hur ett slipmaterial presterar kunde man även utföra praktiska sliptester som ett komplement till robotslipningen.

Tabell 8. UV-enheternas inställningar samt avverkningen på yta A och B med prover av grovlek P240, värt att notera är att TR1.1 - TR1.9 tillverkades med papper som bottenmaterial medan TR1.10 - TR1.13 tillverkades på plast

Prov	UV [%]	UV LED [%]	Avverkning på hård lack, slipat 30 s [g]	Avverkning på mjuk lack, slipat 45 s [g]
TR1.1	100	-	1,62	1,06
TR1.2	-	25	1,63	1,08
TR1.3	-	40	1,64	1,07
TR1.4	-	60	1,72	1,07
TR1.5	-	80	1,68	1,07
TR1.6	40	80	1,68	1,06
TR1.7	60	80	1,53	1,03
TR1.8	80	80	1,72	1,16
TR1.9	100	80	1,76	1,14
TR1.10	-	25	1,70	1,21
TR1.11	-	80	1,67	1,32
TR1.12	40	80	1,65	1,13
TR1.13	100	80	1,81	1,02

Tabell 9. UV-enheternas inställningar samt avverkningen på yta A för prover av grovlek P320

Prov	UV [%]	UV LED [%]	Avverkning på yta A, slipat 45 s [g]	Avverkning på yta A, slipat 30 s [g]
TRWB2.18	100	-	3,38	-
TRWB1.2	-	25	4,05	1,29
TRWB1.3	-	40	4,26	1,28
TRWB1.4	-	60	4,68	1,33
TRWB1.5	-	80	4,15	1,40
TRWB1.6	40	80	3,50	1,27
TRWB2.17	100	80	3,48	-

4 Slutsatser

Arbetets syfte var att undersöka hur tre olika UV-enheter påverkar härdningen av tre olika limsystem. Två av dessa UV-enheter var UV-LED enheter som emitterade strålning kring 365 och 395 nanometer, och den sista var en traditionell UV-enhet med kvicksilverlampor som emitterar ett betydligt bredare spektrum av våglängder. För- och nackdelar med dessa system presenterades i mer detalj i kapitel 1.2.4.1, men kan kort sammanfattas som att UV-LED system är en nyare teknik som är mer energisnål och miljövänlig medan konventionella UV-enheter med kvicksilverlampor är mer etablerade i industrin.

Gemensamt för många av de resultat som diskuterades i kapitel 3 är hur kemin i limsystemet tillsynes påverkar slutresultatet för härdningen i mycket högre grad än vilken UV-enhet som används för att initiera polymerisationsreaktionen. Ett limsystem som i grunden har problem med till exempel syreinhibering kommer konsekvent härddas sämre än ett limsystem som inte har någon faktor som begränsar härdningen. Viktigt att notera är att högsta möjliga härdningsgrad inte nödvändigtvis är eftersträvarvärt i och med att detta kan kräva stora mängder energi för en slutprodukt som har i stort sett samma slutegenskaper som en med lägre härdningsgrad, eller till och med försämma egenskaperna hos slutprodukten. I figur 22 i kapitel 3.2.3 presterade de prov som härddats med enbart UV-LED bättre än de som härddats med en hög dos från både UV-LED enheten och UV-enheten. Ett liknande fenomen kunde noteras för några de prov som sammanfattas i figur 16 och 17 i kapitel 3.1.1, där en högre dos UV-strålning kunde leda till en lägre härdningsgrad, antagligen till följd av syreinhibering på ytan vid den starka UV-bestrålningen, särskilt för de system där limmen applicerats i tunna lager.

Ett annat intressant fenomen som uppdagades mellan de olika limsystemen var skillnaden i flexibilitet, trots att bägge limsystem som undersöktes i kapitel 3.2.2. De oligomerer som använts har enligt tillverkaren olika mängd funktionella områden på molekylen, vilket igen visar på hur stor inverkan den kemiska sammansättningen hos limmet har. Hur hög intensitet på UV-enheterna proverna härddats med hade ingen inverkan på flexibiliteten.

Det kaliumpermanganattest som tänktes kunna beskriva härdningsgraden i stora drag visade sig vara otillförlitligt och inte tillräckligt noggrant för att beskriva skillnader i härdningsgrad som uppstår till följd av ändringar i parametrar såsom banhastighet och ljusintensitet vid UV-härdning. Testet kunde inte heller detektera de skillnader i härdningsgrad som förekom mellan limsystem 1 och 2, och enligt resultaten från FTIR analysen var denna skillnad betydande. Överlag kunde inga direkta paralleller dras mellan resultatet från KMnO_4 testet och resultaten från FTIR-analyser. KMnO_4 test rekommenderas således inte som ett mindre avancerat alternativ till en FTIR-analys.

För att öka förståelsen för i hur stor utsträckning ett limsystem härdas var ATR-FTIR analysen ändamålsenlig, och denna kunde användas i framtiden vid utveckling av UV-härdande limsystem vid Mirka som ett komplement till de analysmetoder som används idag. Ingen av de nuvarande metoderna ger insikt i vad som kemiskt händer i limsystemet, vilket FTIR-analysen gör. I kapitel 3.2.3 framkommer det att härdningsparametrarna för bottenlimsystemet påverkar det slutliga slipresultatet, och för att vidare kartlägga hur man kunde optimera härdningen för bästa möjliga slutprestanda hos produkten kunde FTIR-analys tillämpas.

Skillnaden i vilken UV-enhet som användes för att initiera fotopolymerisationen var alltså inte lika stor som skillnaden mellan de olika limsystemen. Av särskilt intresse var skillnaden mellan de två UV-LED enheter som användes (365 nm och 395 nm), men där noterades inga skillnader i hur materialet härdades. I samtliga limsystem som undersöktes i detta arbete användes samma fotoinitiator som absorberar ett mycket brett spektrum av våglängder, detta för att möjliggöra en jämförelse mellan de olika UV-enheterna. För att optimera ett limsystem för härdning av en UV-enhet som emitterar en specifik våglängd är valet av fotoinitiator av stor betydelse, då olika fotoinitiatorer absorberar specifika våglängder för att initiera fotopolymerisationsreaktionen. För att dra maximal nytta av fotoinitiatorn bör dennas absorptionsområde sammanfalla med det emitterade UV-spektret. Det är alltså möjligt att det genom noggrant urval av fotoinitiator kunde vara möjligt att uppnå en effektivare polymerisation för något av systemen, men detta har inte undersökts vidare i detta arbete.

För att sammanfatta har limsystemets sammansättning en mer betydande inverkan på härdningen än valet av UV-enhet. Att valet av UV-enhet hade en mindre inverkan än väntat visar att det finns möjlighet att till exempel byta UV-enheter på produktionslinjer på Mirka om det finns mer attraktiva alternativ på marknaden än de som används idag. Såsom framkom från sliptest och FTIR-analys kan högre härdningsgrad och bättre slipprestanda i vissa fall fås genom att använda en lägre intensitet på UV-enheterna, vilket kunde möjliggöra en mindre energiförbrukning samtidigt som en bättre produkt produceras.

4.1 Framtida möjligheter

Det intressantaste som framkom ur en ekonomisk synvinkel var möjligheten att tillverka en bättre produkt med lägre energiförbrukning, som i kapitel 2.3.6. Detta fenomen kunde undersökas vidare genom provkörningar på produktionslinjen, för att få fram optimal samverkan mellan produktprestanda och energiförbrukning. Att även i framtiden ta stöd av FTIR-analys vid utveckling av limsystem vid Mirka kunde vara intressant. Speciellt när man söker ett optimum mellan körparametrar och härdningsgraden, och som följd slutprestandan, är FTIR-analysen användbar och ger ny insikt i hur de limsystem som används beter sig.

För att undersöka hur nya UV-enheter påverkar härdningen hos materialet rekommenderas en kombination av FTIR-analys och sliptest eftersom dessa testmetoder gav störst insikt i hur olika körparametrar påverkar slutprodukten.

5 Referenser

- [1] Mirka (2015). Product Catalog
<https://www.mirka.com/SharePoint/Marketing/Communications/WebContent/MCALiterature/Brochures/Product%20Catalog%20-%20LI-GNCAT015.pdf> (hämtad 29.10.2019)
- [2] Linke, B. S. (2015). A review on properties of abrasive grits and grit selection.
- [3] APPLICATIONS PRODUCTS. (Imerys). Hämtad 29.10.2019 från
<http://www.imerys-fusedminerals.com/appl-fa-coa.html>.
- [4] FEPA-Standarder 4.3-1:2006, 43-2:2006 och ISO 6344
- [5] Ganeshram, V., & Achudhan, M. (2013). Synthesis and characterization of phenol formaldehyde resin as a binder used for coated abrasives. *Indian Journal of Science and Technology*, 6(6), 4814-4823.
- [6] Prefere Resins, Mirka Resin Basics lecture (2017).
- [7] Book, G. (2014). Compendium of chemical terminology. *International Union of Pure and Applied Chemistry*, 528.
- [8] Carotenuto, G., & Nicolais, L. (1999). Kinetic study of phenolic resin cure by IR spectroscopy. *Journal of Applied Polymer Science*, 74(11), 2703-2715.
- [9] Glöckner, P. (2009). *Radiation curing*, 12-13. Vincentz Network GmbH & Co KG.
- [10] Epstein, J. (2008, April 1). EB Curing: The EB Advantage. Retrieved October 15, 2019, from <https://www.pcimag.com/articles/95563-eb-curing-the-eb-advantage>.
- [11] RadTech Equipment Safety Task Force (2010). UV and EB Equipment Safety Topics
- [12] Pappas, S. P. (Ed.). (2013). *Radiation curing: science and technology*. Springer Science & Business Media.
- [13] Tiwari, A., & Polykarpov, A. (Eds.). (2014). *Photocured Materials*, 19-20 (No. 13). Royal Society of Chemistry.
- [14] Jančovičová, V., Mikula, M., Havlínová, B., & Jakubíková, Z. (2013). Influence of UV-curing conditions on polymerization kinetics and gloss of urethane acrylate coatings. *Progress in Organic Coatings*, 76(2-3), 432-438.
- [15] Miyazawa, M., Iiguni, Y., & Ohtani, H. (2017). Characterization of the cross-linking structures in UV-and EB-cured acrylic copolymer resins using high resolution MALDI-spiral-TOFMS combined with supercritical methanolysis. *Polymer Chemistry*, 8(7), 1155-1162.

- [16] Salleh, N. G. N., Yhaya, M. F., Hassan, A., Bakar, A. A., & Mokhtar, M. (2011). Effect of UV/EB radiation dosages on the properties of nanocomposite coatings. *Radiation physics and chemistry*, 80(2), 136-141.
- [17] Muramoto, Y., Kimura, M., & Nouda, S. (2014). Development and future of ultraviolet light-emitting diodes: UV-LED will replace the UV lamp. *Semiconductor Science and Technology*, 29(8), 084004.
- [18] Karlicek Jr, R. F. (2009). UV-LEDs and Curing Applications. *Radtech Report*, 17-23.
- [19] Dietlin, C., Schweizer, S., Xiao, P., Zhang, J., Morlet-Savary, F., Graff, B., ... & Lalevée, J. (2015). Photopolymerization upon LEDs: new photoinitiating systems and strategies. *Polymer Chemistry*, 6(21), 3895-3912.
- [20] Landry, V., Blanchet, P., Boivin, G., Bouffard, J. F., & Vlad, M. (2015). UV-LED curing efficiency of wood coatings. *Coatings*, 5(4), 1019-1033.
- [21] Pimputkar, S., Speck, J. S., DenBaars, S. P., & Nakamura, S. (2009). Prospects for LED lighting. *Nature photonics*, 3(4), 180.
- [22] Taki, K., Taguchi, T., Hayashi, R., & Ito, H. (2017). Comparison of Network Structure Photopolymerized under UV-LED and High-Pressure Mercury Lamp with Different Photoinitiators. *Journal of Photopolymer Science and Technology*, 30(4), 413-419.
- [23] Mukish, P., & Boulay, P. (2018). UV LEDs—technology, manufacturing and application trends 2018 report, Yole Développement.
- [24] Hölz, K., Lietard, J., & Somoza, M. M. (2016). High-power 365 nm UV LED mercury arc lamp replacement for photochemistry and chemical photolithography. *ACS sustainable chemistry & engineering*, 5(1), 828-834.
- [25] Gosavi, S. S., Gosavi, S. Y., & Alla, R. K. (2010). Local and systemic effects of unpolymerised monomers. *Dental research journal*, 7(2), 82.
- [26] Ghazali, S. K., Azim, F. S. S., Adrus, N., & Jamaluddin, J. (2019). The Effectiveness of UV-LED Photopolymerisation over Conventional UV-Mercury for Polyurethane Acrylate Coating. *Journal of Photopolymer Science and Technology*, 32(5), 705-710.
- [27] Luong, M. N., Otsuki, M., Shimada, Y., Ei, T. Z., Sumi, Y., & Tagami, J. (2019). Effect of lights with various wavelengths on bleaching by 30% hydrogen peroxide. *Lasers in medical science*, 34(5), 901-906.
- [28] Li, X., Luo, S., Xu, W., Mao, K., Huang, J., Xiao, Y., ... & Meng, R. (2016, November). Analysis of UV-LED curing technology and existing problems of varnish for printed matter. In *2016 International Conference on Innovative Material Science and Technology (IMST 2016)*. Atlantis Press.

- [29] Taki, K., & Sawa, K. (2018). Hybrid UV LED Device for Simulating Spectrum of High-Pressure Mercury Lamp: Evaluation in UV Curing Process. *Journal of Photopolymer Science and Technology*, 31(6), 753-757.
- [30] St-Georges, A. J., Swift Jr, E. J., Thompson, J. Y., & Heymann, H. O. (2003). Irradiance effects on the mechanical properties of universal hybrid and flowable hybrid resin composites. *Dental Materials*, 19(5), 406-413.
- [31] Fu, H., Qiu, Y., You, J., Hao, T., Fan, B., Nie, J., & Wang, T. (2019). Photopolymerization of acrylate resin and ceramic suspensions with benzylidene ketones under blue/green LED. *Polymer*, 184, 121841.
- [32] Francesco, S. (2018). *Introductory matter physics*. World Scientific, 67.
- [33] Prager, L., Wennrich, L., Knolle, W., Naumov, S., & Prager, A. (2012). Absorption of acrylates and polysilazanes in the far UVC and the VUV regions. *Materials Chemistry and Physics*, 134(1), 235-242.
- [34] Permabond. (2014, March 20). Factors Affecting UV Cure. Retrieved February 10, 2020, from <https://www.permabond.com/2014/03/20/factors-affecting-uv-cure/>
- [35] Aravamudhan, K., Rakowski, D., & Fan, P. L. (2006). Variation of depth of cure and intensity with distance using LED curing lights. *Dental Materials*, 22(11), 988-994.
- [36] Ariani, D., Herda, E., & Eriwati, Y. K. (2017, August). Effects of light intensity and curing time of the newest LED Curing units on the diametral tensile strength of microhybrid composite resins. In *Journal of Physics: Conference Series* (Vol. 884, No. 1, p. 012106). IOP Publishing.
- [37] Karsten, R., Larson, B., & Miller, K. (2009). Characterizing the Efficiency of UV LED Curing. *RadTech Europe*.
- [38] Crivello, J. V., & Reichmanis, E. (2013). Photopolymer materials and processes for advanced technologies. *Chemistry of Materials*, 26(1), 533-548.
- [39] Wu, J., Zhao, Z., Hamel, C. M., Mu, X., Kuang, X., Guo, Z., & Qi, H. J. (2018). Evolution of material properties during free radical photopolymerization. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 112, 25-49.
- [40] Klikovits, N., Knaack, P., Bomze, D., Krossing, I., & Liska, R. (2017). Novel photoacid generators for cationic photopolymerization. *Polymer Chemistry*, 8(30), 4414-4421.
- [41] Sangermano, M., Roppolo, I., & Chiappone, A. (2018). New Horizons in Cationic Photopolymerization. *Polymers*, 10(2), 136.
- [42] Khudyakov, I. V. (2018). Fast photopolymerization of acrylate coatings: Achievements and problems. *Progress in Organic Coatings*, 121, 151-159.

- [43] Andrzejewska, E. (2020). Free-radical photopolymerization of multifunctional monomers. In *Three-Dimensional Microfabrication Using Two-Photon Polymerization* (pp. 77-99). William Andrew Publishing.
- [44] Husár, B., Ligon, S. C., Wutzel, H., Hoffmann, H., & Liska, R. (2014). The formulator's guide to anti-oxygen inhibition additives. *Progress in Organic Coatings*, 77(11), 1789-1798.
- [45] Lin, J. T., Cheng, D. C., Chen, K. T., Chiu, Y. C., & Liu, H. W. (2020). Enhancing UV Photopolymerization by a Red-light Preirradiation: Kinetics and Modeling Strategies for Reduced Oxygen Inhibition. *Journal of Polymer Science*.
- [46] Bhunia, K., Sablani, S. S., Tang, J., & Rasco, B. (2013). Migration of chemical compounds from packaging polymers during microwave, conventional heat treatment, and storage. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 12(5), 523-545.
- [47] Dong, F., Maganty, S., Meschter, S. J., & Cho, J. (2018). Effects of curing conditions on structural evolution and mechanical properties of UV-curable polyurethane acrylate coatings. *Progress in Organic Coatings*, 114, 58-67.
- [48] Mirshahi, F., Bastani, S., & Sari, M. G. (2016). Studying the effect of hyperbranched polymer modification on the kinetics of curing reactions and physical/mechanical properties of UV-curable coatings. *Progress in Organic Coatings*, 90, 187-199.
- [49] Fouassier, J. P., & Lalevée, J., XXVI (2012). *Photoinitiators for polymer synthesis: scope, reactivity, and efficiency*. John Wiley & Sons.
- [50] R. Schwalm, Photoinitiators and Photopolymerization (2001), *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Elsevier, 6946-6951
- [51] Zhou, J., Allonas, X., Ibrahim, A., & Liu, X. (2019). Progress in the Development of Polymeric and Multifunctional Photoinitiators. *Progress in Polymer Science*, 101165.
- [52] Green, W. A. (2010). *Industrial photoinitiators: a technical guide*. CRC Press.
- [53] Segurola, J., Allen, N., Edge, M., & Roberts, I. (1999). Photochemistry and photoinduced chemical crosslinking activity of acrylated prepolymers by several commercial type I far UV photoinitiators. *Polymer degradation and stability*, 65(1), 153-160.
- [54] Shukla, V., Bajpai, M., Singh, D. K., Singh, M., & Shukla, R. (2004). Review of basic chemistry of UV-curing technology. *Pigment & Resin Technology*, 33(5), 272-279.
- [55] Mendelsohn, R. (2007). *Fourier Transform Infrared Spectrometry*, By Peter R. Griffiths (University of Idaho, Moscow) and James A. De Haseth (University of

Georgia, Athens). J. Wiley & Sons, Inc.: Hoboken, NJ. 2007. xviii+ 530 pp. \$115. ISBN 978-0-471-19404-0.

[56] Abed, Y. A., Sabry, H. A., & Alrobeigy, N. A. (2015). Degree of conversion and surface hardness of bulk-fill composite versus incremental-fill composite. *Tanta Dental Journal*, 12(2), 71-80.

[57] Elmer, P. (2005). FT-IR Spectroscopy Attenuated Total Reflectance (ATR). *Technical note*, 27(11).

[58] Menczel, J. D., & Prime, R. B. (Eds.). (2009). *Thermal analysis of polymers*. John Wiley.

[59] Balani, K., Verma, V., Agarwal, A., & Narayan, R. (2014). Physical, thermal, and mechanical properties of polymers. *Materials Research Innovations*, 42, 54-67.

[60] Imazato, S., McCabe, J. F., Tarumi, H., Ehara, A., & Ebisu, S. (2001). Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. *Dental Materials*, 17(2), 178-183.

[61] <https://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/biology/ir-spectrum-table.html> (hämtad 3.1.2020)

[62] Liu, P., Yu, L., Liu, H., Chen, L., & Li, L. (2009). Glass transition temperature of starch studied by a high-speed DSC. *Carbohydrate polymers*, 77(2), 250-253.

[63] <http://erichsen-usa.com/product/universal-scratch-tester-413/>
(hämtad 21.11.2019)

[64] <https://www.cacoatings.com/wp-content/uploads/2017/09/UV-Cure-Test-Kit.pdf>
(hämtad 21.11.2019)

[65] Development of UV-curing formulations for Ink-Jet printing technology, Nicolas Schumacher, June 2010

[66] Testinstruktion QP-112-T, MirkaNet (hämtad 7.2.2020)

5.1 Figurförteckning

Figur 2: Ur skolningsmaterial av Prefere Resins (2017), hämtat november 2019

Figur 4: Khudyakov, I. V. (2018). Fast photopolymerization of acrylate coatings: Achievements and problems. *Progress in Organic Coatings*, 121, 151-159.

Figur 6 och 7: <https://polymerinnovationblog.com/uv-curing-part-three-free-radical-photoinitiators/> hämtade 10.12.2019

Figur 8:

https://web.archive.org/web/20070216065646/http://las.perkinelmer.com/content/TechnicalInfo/TCH_FTIRATR.pdf, hämtad 4.11.2019

6 Appendix

6.1 Appendix A

Resultat från ATR-FTIR analys på två limformuleringar som preparerats och härdats i laboratoriet.

Prov	Lim	Lampa	Intensitet [%]	Hastighet [m/min]	810 cm ⁻¹	σ ₈₁₀	1400 cm ⁻¹	σ ₁₄₀₀	1600 cm ⁻¹	σ ₁₆₀₀
L1	1	Hg	High	15	0,72	0,009	0,72	0,019	0,83	0,011
L2	1	Hg	Low	15	0,72	0,008	0,71	0,013	0,83	0,009
L3	1	365	100	15	0,71	0,000	0,69	0,000	0,84	0,000
L4	1	365	100	10	0,72	0,007	0,73	0,002	0,82	0,001
L5	1	365	100	5	0,73	0,007	0,72	0,010	0,82	0,008
L6	1	365	50	15	0,72	0,006	0,72	0,011	0,81	0,008
L7	1	365	50	10	0,72	0,008	0,71	0,011	0,82	0,007
L8	1	365	50	5	0,72	0,000	0,72	0,000	0,82	0,000
L9	1	395	100	15	0,72	0,012	0,71	0,020	0,84	0,013
L10	1	395	100	10	0,73	0,012	0,72	0,016	0,83	0,008
L11	1	395	100	5	0,72	0,004	0,71	0,006	0,83	0,004
L12	1	395	50	15	0,72	0,006	0,72	0,019	0,82	0,010
L13	1	395	50	10	0,72	0,022	0,70	0,019	0,83	0,001
L14	1	395	50	5	0,76	0,034	0,76	0,044	0,81	0,027
L15	2	365	100	15	0,98	0,036	0,98	0,028	0,96	0,046
L16	2	365	100	10	0,96	0,005	0,96	0,004	0,93	0,007
L17	2	365	100	5	1,03	0,000	1,02	0,000	1,01	0,000
L18	2	365	50	15	0,95	0,034	0,96	0,026	0,93	0,043
L19	2	365	50	10	1,00	0,018	1,00	0,013	0,99	0,020
L20	2	365	50	5	0,99	0,003	0,99	0,001	0,96	0,001
L21	2	395	100	15	1,02	0,012	1,01	0,008	1,00	0,012
L22	2	395	100	10	0,98	0,001	0,98	0,000	0,95	0,001
L23	2	395	100	5	1,01	0,035	1,00	0,026	0,98	0,038
L24	2	395	50	15	1,02	0,005	1,01	0,004	1,01	0,007
L25	2	395	50	10	1,01	0,012	1,00	0,009	0,99	0,012
L26	2	395	50	5	1,03	0,003	1,02	0,002	1,01	0,001

6.2 Appendix B

Resultat från ATR-FTIR analys gjorda på prover från produktionslinje 8.

Prov	Lim	UV	UV LED	Position	810 cm ⁻¹	σ ₈₁₀	1400 cm ⁻¹	σ ₁₄₀₀	1600 cm ⁻¹	σ ₁₆₀₀
TR2.4	2	-	25 %	Bakifrån	0,85	0,007	0,91	0,002	0,92	0,010
TR2.5	2	-	40 %	Bakifrån	0,88	0,019	0,93	0,010	0,96	0,022
TR2.6	2	-	60 %	Bakifrån	0,89	0,016	0,93	0,005	0,96	0,019
TR2.7	2	-	80 %	Bakifrån	0,87	0,022	0,93	0,008	0,95	0,023
TR2.8	2	100 %	80 %	Bakifrån	0,98	0,002	1,00	0,004	1,01	0,001
TR2.9	2	40 %	-	-	0,95	0,002	0,98	0,001	1,00	0,001
TR2.10	2	60 %	-	-	0,97	0,006	0,99	0,007	1,00	0,008
TR2.11	2	80 %	-	-	0,98	0,004	1,00	0,004	1,01	0,002
TR2.12	2	100 %	-	-	0,98	0,005	0,99	0,004	1,00	0,004
TRWB2.19	2 WB	-	25 %	-	0,95	0,007	0,97	0,004	0,95	0,006
TRWB2.20	2 WB	-	40 %	Bakifrån	0,96	0,001	0,97	0,001	0,96	0,002
TRWB2.21	2 WB	-	60 %	Bakifrån	0,97	0,005	0,98	0,002	0,96	0,003
TRWB2.22	2 WB	-	80 %	Bakifrån	0,97	0,004	0,98	0,001	0,96	0,002
TRWB2.23	2 WB	100 %	80 %	Bakifrån	1,00	0,003	0,99	0,003	0,97	0,005
TRWB2.24	2 WB	40 %	-	-	0,98	0,002	0,99	0,002	0,97	0,004
TRWB2.25	2 WB	60 %	-	-	0,99	0,003	0,99	0,001	0,97	0,001
TRWB2.26	2 WB	80 %	-	-	0,99	0,002	0,99	0,002	0,97	0,003
TRWB2.27	2 WB	100 %	-	-	1,00	0,003	0,99	0,001	0,97	0,001

6.3 Appendix C

Körparametrar för prov tillverkade på produktionslinje 8.

Prov	Bottenmaterial	Bottenlim	c[PI] wt%	Slipkorn	UV	UV LED	UV LED position	Hastighet
TR1.1	Papper	2	5	P240	100 %	-	-	30m/min
TR1.2	Papper	2	5	P240	-	25 %	Bakifrån	30m/min
TR1.3	Papper	2	5	P240	-	40 %	Bakifrån	30m/min
TR1.4	Papper	2	5	P240	-	60 %	Bakifrån	30m/min
TR1.5	Papper	2	5	P240	-	80 %	Bakifrån	30m/min
TR1.6	Papper	2	5	P240	40 %	80 %	Bakifrån	30m/min
TR1.7	Papper	2	5	P240	60 %	80 %	Bakifrån	30m/min
TR1.8	Papper	2	5	P240	80 %	80 %	Bakifrån	30m/min
TR1.10	Plastfilm	2	5	P240	-	25 %	Bakifrån	30m/min
TR1.11	Plastfilm	2	5	P240	-	80 %	Bakifrån	30m/min
TR1.12	Plastfilm	2	5	P240	40 %	80 %	Bakifrån	30m/min
TR1.13	Plastfilm	2	5	P240	100 %	80 %	Bakifrån	30m/min
TRWB1.2	Papper	2 WB	5	P320	-	25 %	Bakifrån	30m/min
TRWB1.3	Papper	2 WB	5	P320	-	40 %	Bakifrån	30m/min
TRWB1.4	Papper	2 WB	5	P320	-	60 %	Bakifrån	30m/min
TRWB1.5	Papper	2 WB	5	P320	-	80 %	Bakifrån	30m/min
TRWB1.6	Papper	2 WB	5	P320	40 %	80 %	Bakifrån	30m/min
TR2.1	Papper	2	5	P240	-	80 %	Bakifrån	30m/min
TR2.2	Papper	2	5	P240	100 %	80 %	Bakifrån	30m/min
TR2.3	Papper	2	5	P240	100 %	-	-	30m/min
TR2.4	Papper	2	5	-	-	25 %	Bakifrån	15m/min
TR2.5	Papper	2	5	-	-	40 %	Bakifrån	15m/min
TR2.6	Papper	2	5	-	-	60 %	Bakifrån	15m/min
TR2.7	Papper	2	5	-	-	80 %	Bakifrån	15m/min
TR2.8	Papper	2	5	-	100 %	80 %	Bakifrån	15m/min
TR2.9	Papper	2	5	-	40 %	-	-	15m/min
TR2.10	Papper	2	5	-	60 %	-	-	15m/min
TR2.11	Papper	2	5	-	80 %	-	-	15m/min
TR2.12	Papper	2	5	-	100 %	-	-	15m/min
TR2.13	Papper	2	2,5 %	P240	-	80 %	Bakifrån	30m/min
TR2.14	Papper	2	2,5 %	P240	100 %	80 %	Bakifrån	30m/min
TR2.15	Papper	2	2,5 %	P240	100 %	-	-	30m/min
TRWB2.16	Papper	2 WB	5	P320	-	80 %	Bakifrån	30m/min
TRWB2.17	Papper	2 WB	5	P320	100 %	80 %	Bakifrån	30m/min
TRWB2.18	Papper	2 WB	5	P320	100 %	-	-	30m/min
TRWB2.19	Papper	2 WB	5	-	-	25 %	-	15m/min
TRWB2.20	Papper	2 WB	5	-	-	40 %	Bakifrån	15m/min
TRWB2.21	Papper	2 WB	5	-	-	60 %	Bakifrån	15m/min
TRWB2.22	Papper	2 WB	5	-	-	80 %	Bakifrån	15m/min
TRWB2.23	Papper	2 WB	5	-	100 %	80 %	Bakifrån	15m/min
TRWB2.24	Papper	2 WB	5	-	40 %	-	-	15m/min
TRWB2.25	Papper	2 WB	5	-	60 %	-	-	15m/min
TRWB2.26	Papper	2 WB	5	-	80 %	-	-	15m/min
TRWB2.27	Papper	2 WB	5	-	100 %	-	-	15m/min

6.4 Appendix D

Analys utförda externt, analyserade vid piken 810 cm⁻¹

Prov	Limsystem	Banhastighet [m/min]	Intensitet [%]	Lampa	c[PI] wt%	Tjocklek på limskiktet [μm]	Konverteringsgrad [%]
E1	2	20	50	UV	5	5	82
E2	2	20	75	UV	5	5	85
E3	2	20	100	UV	5	5	88
E4	2	30	100	UV	5	5	87
E5	2	30	75	UV	5	5	86
E6	2	30	50	UV	5	5	82
E7	2	40	50	UV	5	5	77
E8	2	40	75	UV	5	5	85
E9	2	40	100	UV	5	5	88
E10	2	40	100	UV	5	10	83
E11	2	40	50	UV	5	10	78
E12	2	20	100	UV	5	10	85
E13	2	20	50	UV	5	10	86
E14	1	20	50	UV	5	5	71
E15	1	20	75	UV	5	5	63
E16	1	20	100	UV	5	5	53
E17	1	30	100	UV	5	5	67
E18	1	30	75	UV	5	5	74
E19	1	30	50	UV	5	5	71
E20	1	40	50	UV	5	5	63
E21	1	40	75	UV	5	5	64
E22	1	40	100	UV	5	5	74
E23	1	40	100	UV	5	10	79
E24	1	40	50	UV	5	10	76
E25	1	20	100	UV	5	10	77
E26	1	20	50	UV	5	10	73
E27	2WB	20	50	UV	5	5	91
E28	2WB	20	75	UV	5	5	92
E29	2WB	20	100	UV	5	5	94
E30	2WB	30	100	UV	5	5	95
E31	2WB	30	75	UV	5	5	92
E32	2WB	30	50	UV	5	5	90
E33	2WB	40	50	UV	5	5	89
E34	2WB	40	75	UV	5	5	88
E35	2WB	40	100	UV	5	5	90
E36	2WB	40	100	UV	5	10	95
E37	2WB	40	50	UV	5	10	92
E38	2WB	20	100	UV	5	10	95
E39	2WB	20	50	UV	5	10	92